

Особенности микроструктуры и микротекстуры среднеуглеродистой стали, подвергнутой сероводородному растрескиванию под напряжением

© 2023

Малинин Андрей Владимирович^{*1,3}, кандидат технических наук, заместитель генерального директора

Ситдииков Виль Даянович^{1,4}, доктор физико-математических наук, заведующий лабораторией

Ткачева Валерия Эдуардовна^{1,5}, кандидат технических наук, доцент, главный специалист

Макастров Артем Константинович^{1,6}, кандидат технических наук, начальник управления

Валекжанин Илья Владимирович^{1,7}, начальник отдела

Маркин Андрей Николаевич², кандидат технических наук, доцент кафедры «Нефтегазовое дело»

¹ООО «РН-БашНИПИнефть», Уфа (Россия)

²Филиал Тюменского индустриального университета в г. Нижневартовске, Нижневартовск (Россия)

*E-mail: MalininAV@bnipi.rosneft.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1185-5648>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9948-1099>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6927-9781>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2822-9072>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9472-2968>

Поступила в редакцию 06.12.2022

Принята к публикации 06.03.2023

Аннотация: Повышение стойкости стальных изделий к сероводородному растрескиванию под напряжением (СРН) является одной из актуальных тем нефтегазовой промышленности. Среди различных факторов, определяющих устойчивость материала к СРН, выделяется структурно-фазовое состояние самого материала и связанная с ним кристаллографическая текстура. В данной работе эти особенности материала проанализированы методами растровой электронной микроскопии (РЭМ), просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и микрорентгеновской дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ). В качестве материала исследований выбрана муфта эксплуатационной колонны (ЭК), которая разрушилась по механизму водородного охрупчивания и последующего СРН. Муфта ЭК изготовлена из среднеуглеродистой стали. Впервые методом РЭМ по расположению и взаимной ориентации частиц цементита (Fe_3C) при больших увеличениях продемонстрированы возможности идентификации в сталях составляющих верхнего бейнита, нижнего бейнита и отпущенного мартенсита. Наличие обнаруженных структурных составляющих стали подтверждено методом ПЭМ. Методом ДОРЭ проведены детальные исследования микротекстуры для установления типа и характера распространения микротрещины. Установлено, что процессы водородного охрупчивания и последующее СРН приводят к формированию $\{101\}$ $\langle 0\bar{1}0 \rangle$, $\{100\}$ $\langle 001 \rangle$, $\{122\}$ $\langle 2\bar{1}0 \rangle$, $\{013\}$ $\langle 211 \rangle$, $\{111\}$ $\langle 100 \rangle$, $\{133\}$ $\langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$, $\{3\bar{2}\bar{6}\}$ $\langle 201 \rangle$ ориентаций зерен. Показано, что усиление ориентировок $\{001\}$ $\langle 110 \rangle$, $\{100\}$ $\langle 001 \rangle$, $\{112\}$ $\langle 111 \rangle$ и $\{133\}$ $\langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$ типов ухудшают стойкость материала к СРН. Методом ДОРЭ-анализа оценено влияние специальных границ зерен на характер распространения микротрещины. Обнаружено, что специальные границы $\Sigma 3$ между $\{122\}$ $\langle 2\bar{1}0 \rangle$ и $\{111\}$ $\langle 100 \rangle$, $\{012\}$ $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$, $\{100\}$ $\langle 001 \rangle$ пластинами верхнего бейнита тормозят развитие микротрещины, а границы $\Sigma 13b$, $\Sigma 29a$ и $\Sigma 39a$, наоборот, способствуют ускоренному распространению микротрещин. Для сравнительного анализа проведены аналогичные исследования в неразрушенной (исходной) муфте до эксплуатации.

Ключевые слова: среднеуглеродистая сталь; бейнитная микроструктура; сероводородное растрескивание под напряжением; кристаллографическая текстура.

Для цитирования: Малинин А.В., Ситдииков В.Д., Ткачева В.Э., Макастров А.К., Валекжанин И.В., Маркин А.Н. Особенности микроструктуры и микротекстуры среднеуглеродистой стали, подвергнутой сероводородному растрескиванию под напряжением // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 1. С. 33–44. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-33-44.

ВВЕДЕНИЕ

Комплекс нефтегазовых труб Российской Федерации является одной из наиболее развитых систем и относится к ключевому типу транспортировки сырой нефти и газа по всей ее территории. При этом к нефтяным и газовым трубопроводам предъявляются самые высокие требования, цель которых – обеспечение их надежности, долговечности и безопасности [1–3]. Последнее связано с необратимыми экологическими и экономическими затратами в случае непреднамеренного отказа трубопроводов и их соответствующих узлов на определенном участке транспортировки нефти. Среди различных видов ослож-

нений при нефтедобыче наиболее серьезным считается коррозионное механическое разрушение – сероводородное растрескивание под напряжением (СРН) [4–6]. СРН нефтепромыслового оборудования определяется действием различных факторов, среди которых можно выделить парциальное давление сероводорода и температуру в колонне, степень минерализации водной составляющей нефти, а также напряженно-деформированное состояние металла. Наиболее подробно эти факторы изложены в ГОСТ 53678 и в работах [6–8]. Кроме перечисленных факторов, устойчивость сталей к СРН определяется степенью легирования железа примесными атомами, структурно-фазовым состоянием, уровнем и анизотропией

прочностных свойств, которые определяют конечные механические свойства материалов. Особенно важным параметром при эксплуатации изделий является развитая кристаллографическая текстура, которая поддается контролю путем оптимизации режимов термомеханического воздействия [5; 9].

Известно, что границы зерен, реек и пластин, образующиеся в процессе закалки и последующего отпуска, являются предпочтительными участками выпадения частиц цемента [10]. В результате внешних приложенных нагрузок, вследствие разницы в микротвердости, между частицами цемента и основной матрицей зарождаются микротрещины. В дальнейшем они распространяются по первоначальным границам зерен аустенита (ПГЗА) или вдоль границ реечного мартенсита [10]. Согласно [11] мартенситная сталь, для которой характерна относительно низкая пластичность, более склонна к СРН по сравнению с отпущенным мартенситом. При этом наличие некоторых легирующих элементов (например, Nb, V, Mo и Ti) при старении порождает выделения на границах зерен, которые снижают восприимчивость стали к СРН [11]. Склонность материала к СРН также определяется формой и размерами составляющих элементов микроструктуры стали. В частности, авторами [12] обнаружено, что феррито-перлитная структура более склонна к СРН, чем игольчатая ферритная или мелкозернистая бейнитная структура. При этом был сделан вывод о том, что однородная и односторонняя структура имеет большую стойкость к СРН [12].

Некоторые работы посвящены исследованию характера распространения микротрещин в сталях, а также нахождению взаимосвязи между ним и кристаллографической текстурой, типом границ зерен и их ориентацией по отношению друг к другу [13–15]. В частности, в работе [13] авторы показали, что формирование малоугловых и специальных границ зерен повышает устойчивость стали API X65 к растрескиванию. При этом было установлено, что наличие специальных границ зерен меньше $\Sigma 13b$ обеспечивает устойчивость к растрескиванию [13], а ряд других высокоугловых границ (не специальных), наоборот, ухудшают стойкость к СРН [14; 15]. В результате путем формирования малоугловых и специальных границ зерен определенного типа можно остановить микротрещину после ее образования и получить трещиностойкую сталь.

Таким образом, перечисленные выше факторы, ответственные за зарождение и развитие микротрещины, явля-

ются контролируемыми и в целом определяют склонность материала к СРН. Управление данными факторами путем изменения параметров процессинга, а также формирование определенных микроструктур и кристаллографических текстур с требуемыми прочностными характеристиками под конкретные виды эксплуатации нефтепромыслового оборудования являются актуальными задачами.

Цель работы – выявление структурно-фазовых особенностей и закономерностей процессов текстурообразования в стандартной муфте эксплуатационной колонны из бейнитной структуры стали, а также установление факторов, определяющих ее стойкость при сероводородном растрескивании под напряжением.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований выбрана муфта эксплуатационной колонны (ЭК) с наружным диаметром 139,7 мм и толщиной стенки 9,17 мм, изготовленная по ГОСТ 31446 (группа прочности P110). Химический состав исследуемой муфты приведен в таблице 1.

Исследования проводили в двух муфтах ЭК: первая была разрушена по механизму СРН при проведении операции гидроразрыва пласта на разведочной скважине, вторая муфта – новая, без эксплуатации. В муфтах была сформирована бейнитная структура на заводских конвейерных условиях путем проведения традиционной термической обработки (закалка и последующий отпуск). Механические испытания на растяжение проводили с помощью универсальной испытательной машины INSPEKT 200 согласно ГОСТ 10006. Измерение микротвердости проводили методом Роквелла с помощью универсального твердомера 251 VRSD. Исследования микроструктуры муфты ЭК проводили с помощью сканирующего электронного микроскопа Thermo Scientific Q250, оснащенного системой EDAX-TSL для анализа методом дифракции обратно рассеянных электронов (ДОРЭ). Съемку образцов проводили при ускоряющем напряжении 20 кВ при давлении в камере 10^{-4} Па. Диаметр электронного пучка составлял 3 мкм. Образец при исследовании помещали на фокусном расстоянии 10,0 мм. В качестве металлографического реактива использован раствор ниталь. Микроструктуру также анализировали на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) для получения информации о размере структурных элементов и характере расположения цементитов.

Таблица 1. Химический состав материала муфты
Table 1. Chemical composition of the coupling material

Содержание, вес. %									
Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Al
97,1	0,452	0,306	1,400	0,014	0,005	0,278	0,199	0,006	0,012
Содержание, вес. %									
Co	Cu	V	Ti	Sn	B	Zr	As	Bi	
<0,001	0,026	0,058	0,002	0,011	0,002	0,002	0,075	0,010	

Наблюдения проводились на микроскопе JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы для ПЭМ готовили двухструйной электрополировкой с использованием электролита на основе *n*-бутилового спирта.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Среднее значение микротвердости металла муфты в очаге первичной трещины составило 35,5 HRC, а вдали от трещины ее величина уменьшается до 34,0 HRC. В то же время среднее значение твердости металла трубной заготовки без эксплуатации составило 32,6 HRC. Механические испытания показали, что в муфте до эксплуатации предел прочности составил 983 МПа, предел текучести – 913 МПа, относительное удлинение – 15,5 %, а в муфте после эксплуатации предел прочности – 1096 МПа, предел текучести – 1000 МПа, относительное удлинение – 13,7 %.

На рис. 1 а показано типичное РЭМ-изображение микроструктуры муфты ЭК (до эксплуатации) после травления.

Исследуемая микроструктура в основном характеризуется бейнитным строением, состоящим из параллельных пластин. Бейнитные пластины на фотографии изображены как разориентированные блоки внутри ПГЗА (рис. 1 а). Бейнитные блоки на рис. 1 а местами обведены зелеными контурными линиями, а ПГЗА – желтыми линиями. Наряду с бейнитной составляющей в микроструктуре присутствуют островки мартенситно-аустенитной (М/А) фазы неправильной формы (рис. 1 а). В отличие от бейнитной составляющей, М/А участки устойчивы к травлению, они выглядят как непротравленные и относительно светлые области (обведены белой линией) (рис. 1 а). Детальный анализ микроструктуры при достаточно больших увеличениях показал, что бейнитная составляющая сформирована из пластин верхнего (ВБ) и нижнего бейнита (НБ). В пользу данного факта говорят результаты РЭМ- и ПЭМ-исследований, согласно которым частицы цементита (Fe_3C) цилиндрической формы в пластинах ВБ расположены только на границах пластин и ориентированы вдоль границ (рис. 1 б) [10]. Обнаруженные частицы цементита на границах пластин ВБ местами вырастают до длины 170 нм, а их диаметр ~34 нм практически не изменяется. В то же время в НБ частицы цементита формируются только в теле пластин (рис. 1 с, 1 д). При этом в НБ частицы цементита имеют игольчатую форму (длиной до 210 нм, диаметр 22 нм) и параллельны друг другу (рис. 1 с, 1 д). На рис. 1 д показан участок «слипшегося» НБ, при котором наблюдается объединение параллельных пластин. В микроструктуре муфты ЭК местами наблюдаются достаточно крупные пластины отпущенного мартенсита (ОМ) (рис. 1 е, 1 ф). Аналогичные структурные составляющие (НБ, ВБ, ОМ) в сталях ранее наблюдали в работах [17–19]. Пластины (рейки) ОМ имеют длину вплоть до нескольких десятков мкм и ширину 1–4 мкм. Отличие ОМ от ВБ и НБ состоит в том, что в пластинах ОМ частицы цементита игольчатой морфологии ориентированы между собой как параллельно, так и под углом 60° по отношению друг к другу (рис. 1 е, 1 ф) [19].

На рис. 2 а представлено типичное РЭМ-изображение микроструктуры муфты ЭК после эксплуатации. Прецизионный РЭМ-анализ показал (рис. 2 а, 2 б), что в микроструктуре муфты ЭК после эксплуатации на-

блюдаются аналогичные структурные составляющие (ВБ, НБ, ОМ, М/А), которые были обнаружены в исходной муфте (рис. 2 а–ф). В то же время при переходе к области, в которой произошло разрушение по механизму СРН, выявляются существенные изменения в микроструктуре (рис. 2 с–ф).

В частности, в области, очень близкой к излому, микроструктура характеризуется тем, что в пластинах (рейках) нет видимых частиц цементита игольчатой формы (рис. 2 с). Отсутствие частиц цемента как внутри пластин, так и между ними свидетельствует о формировании чисто мартенситной структуры с объемно-центрированной тетрагональной (ОЦТ) решеткой [20]. Внешняя приложенная нагрузка в зоне разрушения приводит не только к повороту пластинчатой структуры в направлении действия растягивающих сил и формированию полос деформации (рис. 2 д), но и к возникновению трещин на неметаллических включениях (рис. 2 д, правый верхний угол, рис. 2 е, левый верхний угол). На рис. 2 е, 2 ф показан общий вид траектории распространения вторичной трещины в результате СРН. Видно, что на начальных этапах трещина распространяется по транскристаллитному типу (до 60 мкм), а далее имеет межкристаллитный характер (рис. 2 е, 2 ф). При этом видно, что при остановке трещина может зарождаться на границе пластин (рис. 2 ф). Анализ РЭМ-изображений показал, что во всех исследованных областях загрязненность муфты ЭК неметаллическими включениями не превышала 5 баллов (метод Ш).

Для анализа характера распространения микротрещины исследовали локальную кристаллографическую микротекстуру, т. е. преимущественные ориентации зерен, как продемонстрировано на рис. 3 а. Анализ карты распределения ориентировок зерен проводили в плоскости поперечного сечения образца. Для удобства анализа индивидуальные ориентировки каждого блока и пластин представлены в различном цвете (рис. 3 а, 3 б).

По данным ДОРЭ-анализа, средний размер блоков ПГЗА в муфте ЭК до эксплуатации составил ~80 мкм, а после разрушения в области излома – ~66 мкм. ДОРЭ-анализ показал, что в области разрушения муфты в основном формируется кристаллографическая текстура, в которой доминируют ориентации зерен, относящихся к $\{101\} \langle 010 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$ и $\{111\} \langle 100 \rangle$ компонентам текстуры (рис. 3 а). В то же время в муфте без эксплуатации подавляющими являются $\{110\} \langle 001 \rangle$, $\{001\} \langle 110 \rangle$ и $\{111\} \langle 011 \rangle$ ориентации зерен. Основные текстурные компоненты, выявленные в муфте ЭК до и после эксплуатации (с трещиной), сведены в таблицу 2.

В таблице 2 также схематично изображены ориентации отдельных пластин относительно плоскости НН–ПН и их объемные доли, принадлежащие к той или иной компоненте текстуры. Для установления влияния процессов текстурообразования на характер распространения трещины провели локальные ДОРЭ-исследования (рис. 3 б). При этом особое внимание уделили выявлению высокоугловых разориентаций, относящихся к специальным Σ -границам, сформированным как в исходной муфте, так и в муфте после эксплуатации (рис. 4 а, 4 б). Распределения специальных границ зерен, соответствующие исходной и разрушенной муфте (область трещины), показаны на рис. 4 а, 4 б, а их доли представлены в таблице 3.

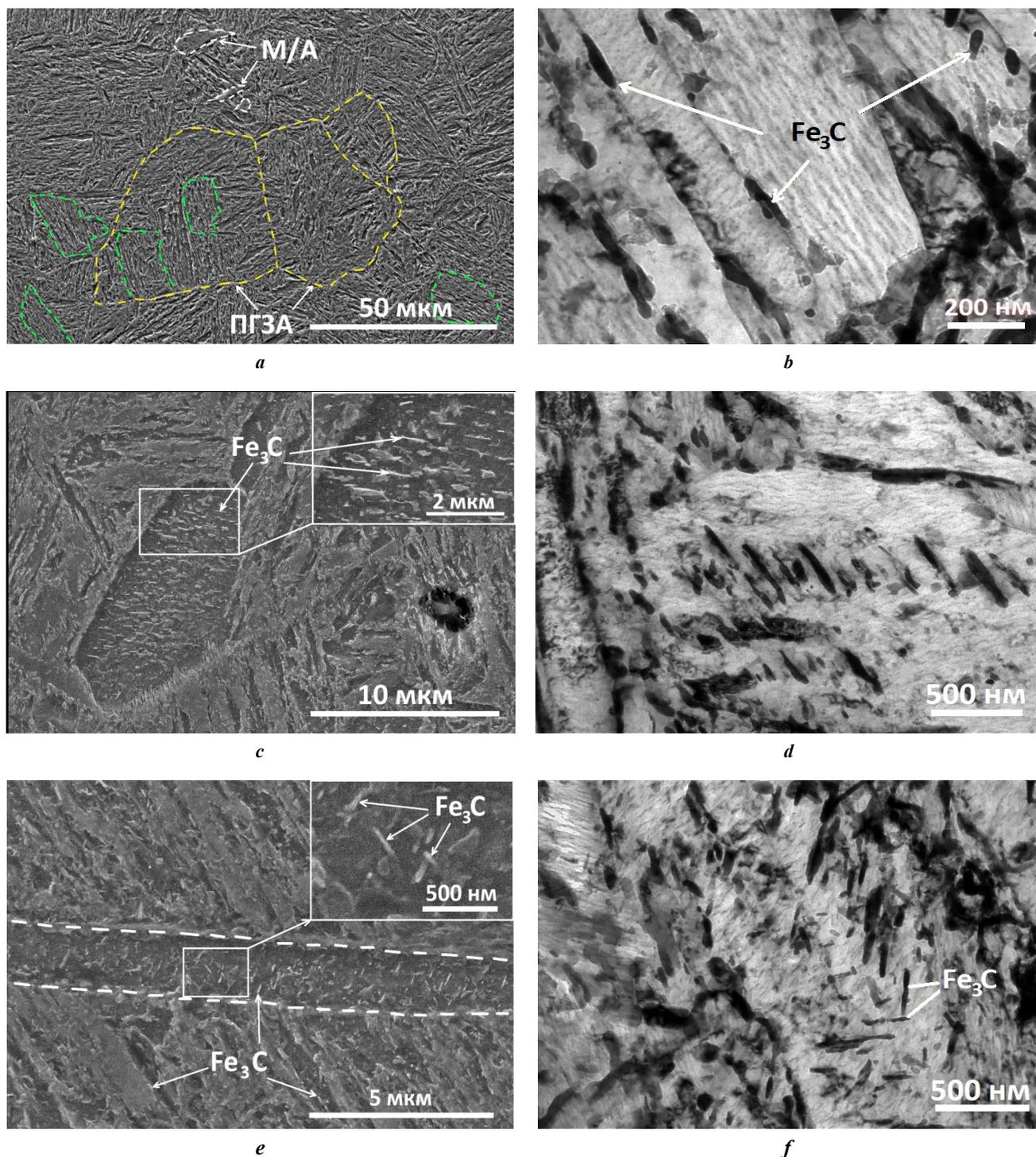


Рис. 1. Изображения микроструктуры муфты ЭК (до эксплуатации):
a – общий вид микроструктуры; *b* – пластины верхнего бейнита;
c, d – пластины нижнего бейнита; *e, f* – мартенситные пластины отпуска.
M/A – мартенситно-аустенитные участки; ПГЗА – первоначальные границы зерен аустенита.
a, c, e – РЭМ-изображения; *b, d, f* – ПЭМ-изображения
Fig. 1. Images of the PS coupling microstructure (before operation):
a – microstructure general view; *b* – upper bainite plates;
c, d – lower bainite plates; *e, f* – martensite tempering plates.
M/A – martensite-austenite areas; ПГЗА – initial austenite grain boundaries.
a, c, e – SEM images; *b, d, f* – TEM images

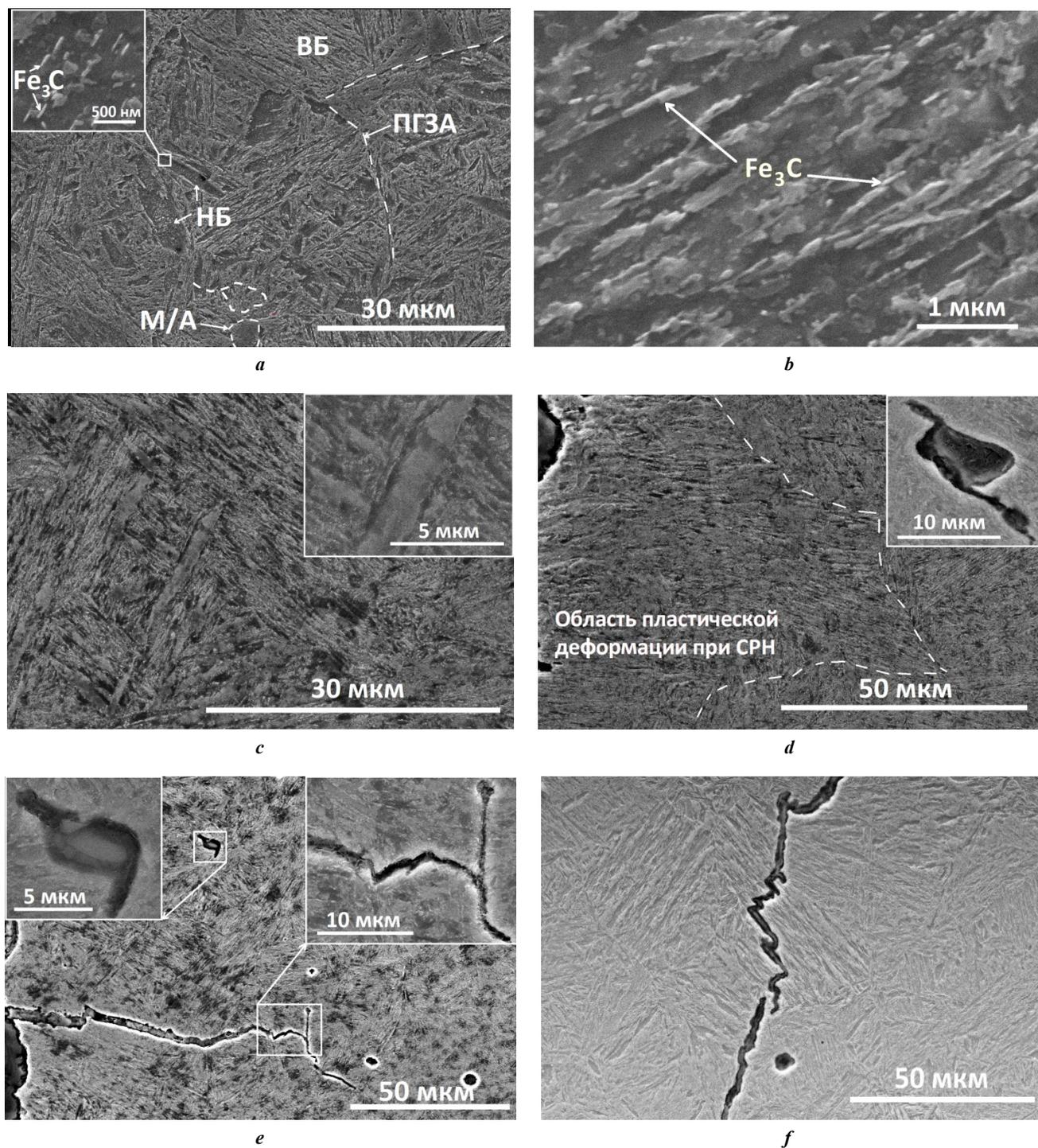
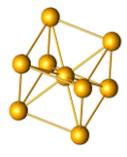
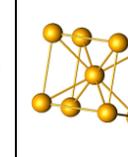
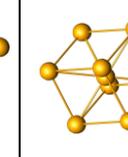
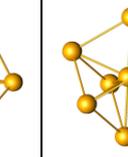
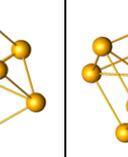


Рис. 2. РЭМ-изображения микроструктуры после эксплуатации:
a – общий вид микроструктуры вдали от излома; *b* – пластины верхнего бейнита;
c – общий вид микроструктуры в области излома; *d* – полосы деформации;
e – вид трещин в области излома; *f* – развитие трещины на бейнитных блоках.
 ВБ – верхний бейнит; НБ – нижний бейнит

Fig. 2. Microstructure SEM images:
a – general view of the microstructure away from the fracture area; *b* – upper bainite plates;
c – general view of the microstructure in the fracture area; *d* – deformation bands;
e – the appearance of cracks in the fracture area; *f* – crack development on bainitic blocks.
 ВБ – upper bainite; НБ – lower bainite

Таблица 2. Обнаруженные ориентации бейнитных/мартенситных пластин и их объемная доля
 Table 2. The determined orientations of bainite/martensite plates and their volume fraction

Плоскость анализа ↑ НН → ПН	Основные ориентации и их объемная доля, %						
							
							
Углы Эйлера, Ф ₁ , Ф ₂	181,8, 35,1, 76,7	88,2, 5,9, 73,7	230,2, 46,5, 66,4	259,6, 13,5, 0	333,9, 49,1, 49,8	17,6, 44,5, 17,9	331,3, 33,4, 55,5
Ориентация	{101} <010>	{100} <001>	{122} <210>	{013} <211>	{111} <100>	{133} <121>	{326} <201>
До эксплуатации	4,6	3,3	4,1	6,5	6,5	7,8	8,9
После эксплуатации	8,2	6,9	7,2	8,8	6,0	12,3	5,7
Около трещины	9,9	13,7	9,1	12,1	8,6	10,2	4,6

Примечание. НН – нормальное направление, ориентированное вдоль радиуса муфты (трубы);
 ПН – поперечное направление, совпадающее с осью муфты (трубы).

Note. НН – normal direction oriented along the coupling (pipe) radius;
 ПН – transverse direction coinciding with the coupling (pipe) axis.

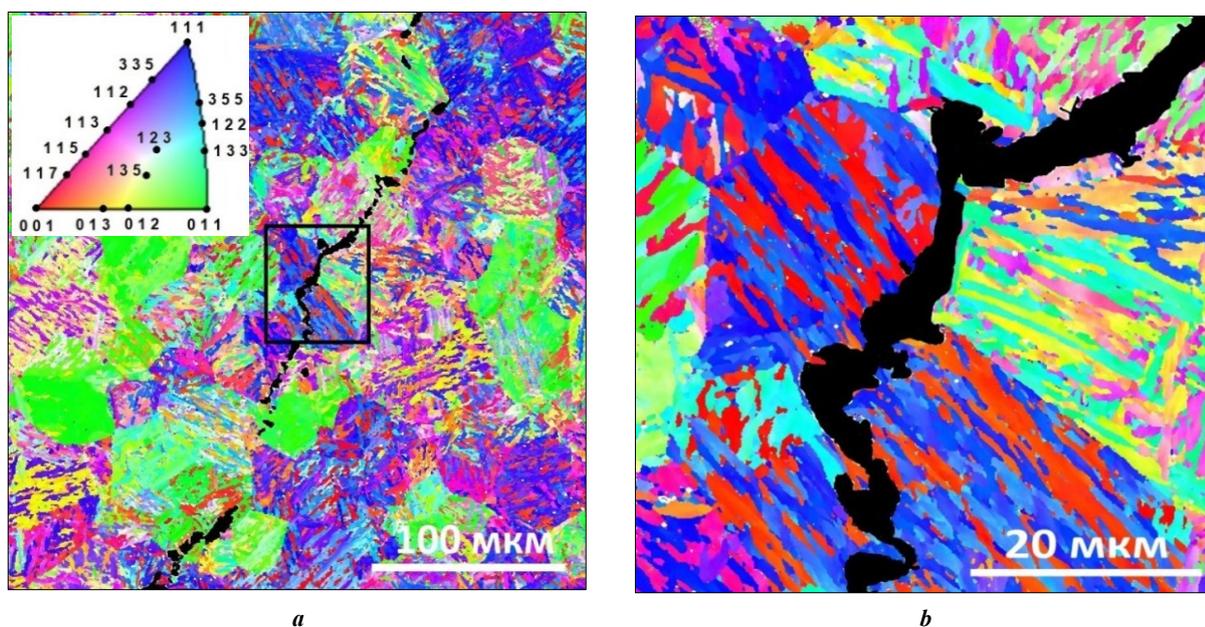


Рис. 3. ДОПЭ-изображения микроструктуры: а – общий вид; б – прецизионный участок
 Fig. 3. EBSD images of the microstructure: a – general view; b – precision area

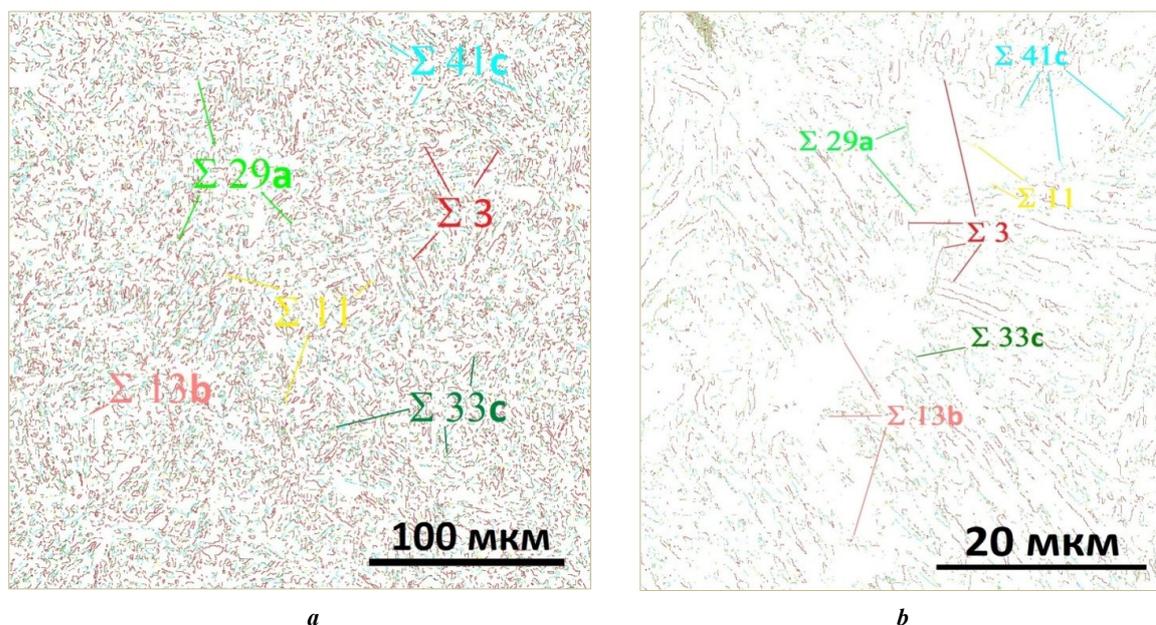


Рис. 4. ДОРЭ-изображения микроструктуры:
a – карта распределения специальных границ зерен в муфте без эксплуатации;
b – карта распределения специальных границ зерен около трещины
Fig. 4. EBSD images of the microstructure:
a – map of distribution of special grain boundaries in the coupling (pipe) without operation;
b – map of distribution of special grain boundaries in the crack area

Таблица 3. Выявленные специальные границы Σ бейнитных пластин и их объемная доля
Table 3. The revealed special Σ boundaries of bainite plates and their volume fraction

Область анализа	Доля специальных границ, %							
	$\Sigma 3$	$\Sigma 11$	$\Sigma 13b$	$\Sigma 25b$	$\Sigma 29a$	$\Sigma 33c$	$\Sigma 39a$	$\Sigma 41c$
До эксплуатации	12,4	1,1	0,4	1,1	0,3	4,3	0,8	4,2
После эксплуатации	11,9	1,4	0,2	1,3	0,1	5,0	0,3	3,8
Около трещины	9,6	3,6	4,4	0,4	2,3	2,2	2,6	3,9

Для выявления влияния взаимных ориентаций пластин (реек) на характер распространения трещины провели анализ микротекстуры исследований. На рис. 5 представлены прямые полюсные фигуры (ПФ) (110) муфты ЭК, полученные из различных областей анализа: без эксплуатации, вдали от излома и в области, охватывающей трещину.

Полюсная фигура (110) полученная для муфты ЭК до эксплуатации, по данным микротекстуры анализа, характеризуется набором следующих основных ориентировок: $\{101\} \langle 0\bar{1}0 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$, $\{122\} \langle 2\bar{1}0 \rangle$, $\{013\} \langle 211 \rangle$, $\{111\} \langle \bar{1}00 \rangle$, $\{133\} \langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$, $\{3\bar{2}\bar{6}\} \langle 201 \rangle$, $\{102\} \langle 2\bar{1}1 \rangle$, $\{230\} \langle 323 \rangle$, $\{122\} \langle 2\bar{2}1 \rangle$, $\{110\} \langle 1\bar{1}1 \rangle$ и $\{111\} \langle \bar{1}00 \rangle$ (рис. 5, таблица 2). Поскольку микротекстуры анализ посвящен изучению характера развития трещины, то на рис. 5 d и в таблице 2 приведены позиции только основных ориентаций зерен. Анализ показал, что в муфте ЭК после эксплуатации (подальше от тре-

щины) общий вид ПФ (110) сохраняется, однако происходит изменение соотношения преимущественных ориентаций зерен. Об этом свидетельствует перераспределение текстурных максимумов на ПФ (110), при котором ориентации $\{102\} \langle 2\bar{1}1 \rangle$, $\{230\} \langle 323 \rangle$, $\{122\} \langle 2\bar{2}1 \rangle$, $\{110\} \langle 1\bar{1}1 \rangle$ и $\{111\} \langle \bar{1}00 \rangle$ подавляются, а текстурные компоненты $\{101\} \langle 0\bar{1}0 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$, $\{013\} \langle 211 \rangle$, $\{122\} \langle 2\bar{1}0 \rangle$ и $\{133\} \langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$ усиливаются (рис. 5 b, таблица 2). Данный факт объясняется тем, что в процессе эксплуатации происходит поворот элементов структуры в результате действия приложенных внешних нагрузок. Более того, на ПФ (110) возникают дополнительные ориентации (текстурные максимумы), а полюсная плотность некоторых ориентировок резко возрастает (рис. 5 b). В частности, в результате СРН повышаются весовые доли $\{001\} \langle 110 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$, $\{112\} \langle 111 \rangle$ и $\{133\} \langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$ компонент текстуры (рис. 5 b).

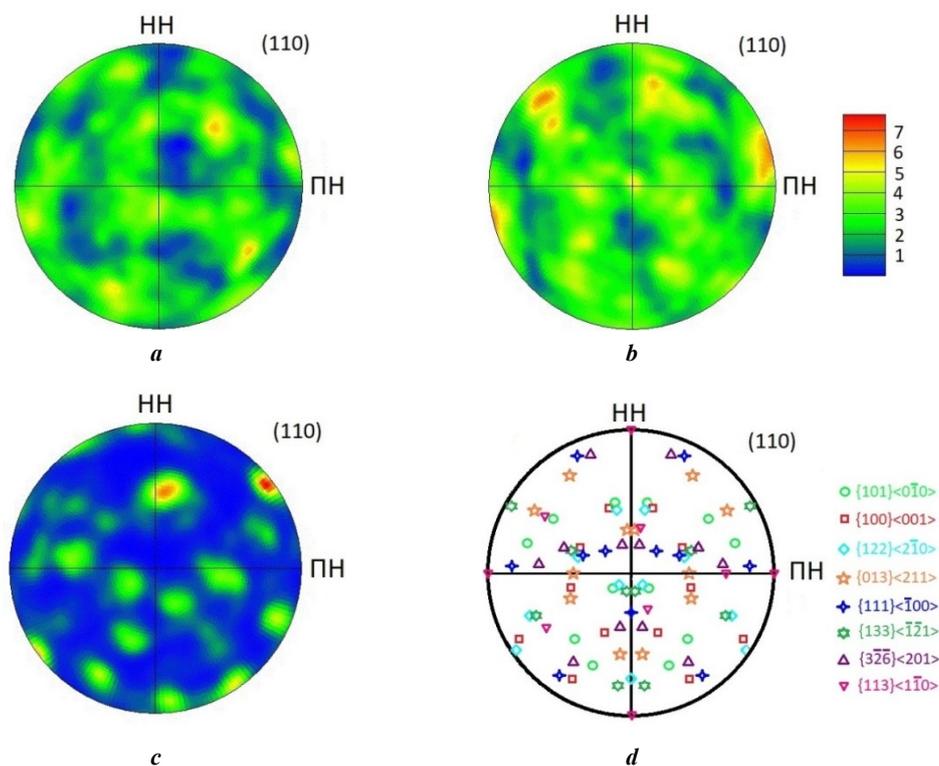


Рис. 5. Прямые полюсные фигуры (110):

a – муфта ЭК до эксплуатации; **b** – после эксплуатации вдали от трещины; **c** – в области трещины; **d** – позиции обнаруженных ориентаций на полюсной фигуре

Fig. 5. Direct pole figures (110):

a – PS coupling before operation; **b** – after operation away from the crack; **c** – in the crack area; **d** – the positions of the determined orientations on a pole figure

Прецизионный микротекстуриный анализ показал, что характер расположения текстурных максимумов на ПФ (110) в области, охватывающей трещину, существенно изменяется (рис. 5 с). При этом наблюдается усиление полюсной плотности отдельных ориентировок (рис. 5 с). В частности, в зоне развития трещины наблюдается резкое усиление нехарактерной для исходной муфты ЭК $\{101\} \langle 0\bar{1}0 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$, $\{122\} \langle 2\bar{1}0 \rangle$ и $\{133\} \langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$ ориентаций зерен. В целом, изменения на ПФ (110), с одной стороны, связаны с формированием неблагоприятной кристаллографической текстуры, а с другой – с активными процессами измельчения блоков бейнита и последующей переориентацией пластин в результате сдвиговых деформаций.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Проведенный анализ микроструктуры среднеуглеродистой стальной муфты ЭК показал, что в нем формируются различные составляющие структуры: верхний бейнит, нижний бейнит и мартенсит отпуска (рис. 1). Эти структурные составляющие отличаются не только расположением частиц цементита и их взаимной ориентацией, но и размерами самих пластин (реек). В частности, средняя ширина пластин ВБ равна 0,7 мкм, а длина ~25 мкм. Частицы цементита в пластинах ВБ расположены вдоль их границ [16–18]. По сравнению с ВБ, ширина пластин в НБ несколько уже (0,5 мкм), а их длина не превышает 20 мкм. Частицы цементита игольчатой

формы в НБ выпадают в теле пластин и строго параллельны между собой [16–18]. Напротив, в пластинах отпускаемого мартенсита частицы цементита выпадают в форме иголок, расположенных в теле пластин (реек), и ориентированы между собой как параллельно, так и под углом 60° по отношению друг к другу [19]. Данный факт свидетельствует о том, что частицы цементита могут расти по направлениям $\langle 011 \rangle$ и $\langle 110 \rangle$ в ОЦТ-решетке. Длина частицы цементита внутри пластин ОМ достигает величины 300 нм, а диаметр ~39 нм.

Таким образом, отличительными особенностями ВБ, НБ и ОМ являются размеры пластин, область выпадения частиц цементита на пластинах и их взаимная ориентация. Частицы цементита в ВБ выпадают только на границах пластин (реек), в НБ они выпадают только внутри пластин и параллельны друг другу, а в пластинах ОМ они ориентированы под углом друг к другу.

Анализ микроструктуры выявил наличие структурного градиента (ВБ, НБ, ОМ, М/А, мартенсит) в материале муфты ЭК. В частности, в области, близкой к излому, обнаружили множество мартенситных пластин, которые, по-видимому, локально повышают микротвердость до 35,5 HRC. Мартенситные пластины в области излома характеризуются отсутствием частиц цементита, шириной реек в пределах 0,6–3,5 мкм и длиной в несколько десятков мкм. При этом в данной области также обнаружили участки с повышенным содержанием мартенсит/аустенитной составляющей неправильной формы. В области излома наблюдаются

многочисленные вторичные микротрещины, поскольку мартенситная структура менее устойчива к СРН и требует дополнительного отпуска [21].

Анализ общего вида и траектории распространения вторичной трещины в результате СРН свидетельствует о том, что характер развития трещины можно разделить на два этапа. На первом этапе она распространяется по достаточно прямолинейной траектории. Видно, что толщина трещины, приблизительно равная 7,5 мкм на вершине трещины, практически не изменяется вплоть до больших глубин (более 60 мкм) (рис. 2 е). Данный факт свидетельствует о том, что до глубин 60 мкм активно реализуются процессы коррозии с образованием оксидов/сульфидов железа. Далее трещина имеет более извилистый характер распространения, содержащий большее количество прогибов (рис. 2 е, 2 ф). При этом на начальном этапе тип распространения трещины – транскристаллитный (рис. 2 е). К такому типу распространения трещины также привели изменения в микроструктуре, вызванные действием растягивающих напряжений и формированием деформационных полос, изображенных на рис. 2 d. При этом сами полосы деформации формировались в результате поворота бейнитной структуры в направлении действия растягивающих сил, перпендикулярных линии распространения излома (рис. 2 d, 2 е). Фронт деформационных полос доходит до больших глубин и местами достигает нескольких сотен мкм. В результате в таких областях трещины легко распространяются параллельно линиям скольжения дислокаций, поскольку на их пути нет никаких преград. Однако если трещина на своем пути встречает поперечно расположенные блоки бейнита, то она начинает тормозиться на них, как показано на рис. 2 f. В то же время действие высоких приложенных растягивающих напряжений иногда приводит к зарождению вторичных трещин в областях, близких к области остановки первичной трещины. Такими областями являются включения MnS, сферические пустоты, границы ПГЗА и благоприятная кристаллографическая текстура между пластинами (рис. 2 е, 2 ф, 3 а). Таким образом, более извилистые линии распространения трещины свидетельствуют о формировании на этих участках блоков бейнита с различной кристаллографической текстурой и демонстрируют лучшие блокирующие развитие трещины действия. При этом прямолинейный путь развития трещины подразумевает ускоренное распространение трещины на данном участке (рис. 2 е). Эти факты подробно проанализированы методом ДОРЭ.

При ДОРЭ-анализе кристаллографической микротекстуры ориентации зерен представляются в виде радужной системы цветового кодирования на исследуемой поверхности и обеспечивается простой способ выявления локальной ориентировки зерна (блоков, пластин) в пространстве. Совокупность зерен, образующих поликристалл в целом, состоит из множества элементарных ячеек, наложенных друг на друга. При этом внутри элементарной ячейки (или в зерне) можно выделить различные системы $\{001\} \langle hkl \rangle$, $\{011\} \langle hkl \rangle$, $\{111\} \langle hkl \rangle$ и т. д., по которым происходит скольжение дислокаций. Если при вырезке и дальнейшей шлифовке образца по определенному сечению окажется зерно, у которого плоскость (111) параллельна плоскости шли-

фа, то в ДОРЭ-картине это зерно закрашивается синим цветом (рис. 3 а). Аналогично зерна с (001) закрашиваются красным цветом, (101) – зеленым и т. д. Другими словами, EBSD-картина представляет собой карту распределения ориентаций зерен в плоскости анализа шлифа, при котором плоскости $\{001\}$, $\{011\}$, $\{111\}$ и т. д. параллельны исследуемой поверхности (рис. 3 а).

Результаты EBSD-анализа отчетливо показали, что характер распространения трещины имеет прямолинейные участки, обрывы и прогибы (рис. 3 а, 3 б). В частности, транскристаллитный тип распространения трещины характерен для участков, содержащих пластины с ориентировками $\{101\} \langle 0\bar{1}0 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$ и $\{111\} \langle \bar{1}00 \rangle$ (рис. 3 а). При этом межкристаллитный тип распространения трещины обнаружен для блоков бейнита, принадлежащих к ориентировкам $\{122\} \langle 2\bar{1}0 \rangle$, $\{111\} \langle \bar{1}00 \rangle$, $\{012\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ и $\{100\} \langle 001 \rangle$. Значительное влияние на характер развития трещин продемонстрировали специальные границы между соседними пластинами (рейками). Условия формирования специальных границ зерен в бейнитной структуре стали наиболее подробно изучены в работах [22–24]. В частности, показано, что на специальных границах $\Sigma 3$, $\Sigma 11$, $\Sigma 25b$, $\Sigma 33c$ и $\Sigma 41c$ типа начинаются интенсивные фазовые превращения по схеме $\gamma \rightarrow \alpha$ при формировании бейнитной структуры стали [22]. Отмечено, что специальные границы $\Sigma 3$, $\Sigma 11$ и $\Sigma 33c$ типа формируются преимущественно между параллельными пластинами в мартенситном пакете и/или в бейнитном блоке [22; 23], а $\Sigma 25b$ тип характерен для мартенситной структуры [22]. Показано, что тип $\Sigma 41c$ возникает в тройных стыках пластин (реек) в пакете, содержащих малоугловую границу и две границы $\Sigma 33c$ типа [23]. С другой стороны, в работе [24] специальные границы $\Sigma 13$ и $\Sigma 39$ типа в основном наблюдали на мартенситно-аустенитных и/или бейнитно-аустенитных границах, а уменьшение доли $\Sigma 11$ объяснили понижением мартенситной составляющей. Выявленный в данной работе тип специальных границ $\Sigma 3$, $\Sigma 11$, $\Sigma 13b$, $\Sigma 25b$, $\Sigma 29a$, $\Sigma 33c$, $\Sigma 39a$ и $\Sigma 41c$ при формировании бейнитной структуры не противоречит литературным данным [22–24]. Согласно [22; 23] можно утверждать, что на выявленных специальных границах начинаются интенсивные фазовые превращения. При этом отличия в их доле, скорее всего, связаны с проявлением структурного градиента по толщине стенки муфты. Кроме того, по изменению доли тех или иных специальных границ можно судить и о типе сформированных структур [22–24]. В частности, повышенную долю границ $\Sigma 3$ типа можно объяснить множеством бейнитных блоков, содержащих параллельные пластины, рост доли $\Sigma 11$ около трещины связан с увеличением мартенситной составляющей, а усиление $\Sigma 13$ и $\Sigma 39$ типов свидетельствует о росте М/А участков в этой области.

Анализ показал, что специальные границы $\Sigma 3$ между $\{122\} \langle 2\bar{1}0 \rangle$ и $\{111\} \langle \bar{1}00 \rangle$, $\{012\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$ пластинами верхнего бейнита подавляют развитие трещины, а наличие границ типа $\Sigma 13b$, $\Sigma 29a$ и $\Sigma 39a$, наоборот, способствуют ускоренному распространению микротрещин. В этой связи можно сделать вывод о том, что трещины имеют тенденцию проходить через $\{101\} \langle 0\bar{1}0 \rangle$, $\{100\} \langle 001 \rangle$ и $\{111\} \langle \bar{1}00 \rangle$ пластины и склонны к отклонению при столкновении с $\{122\} \langle 2\bar{1}0 \rangle$, $\{012\} \langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$, $\{133\} \langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$ и $\{3\bar{2}\bar{6}\} \langle 201 \rangle$ пластинами.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Проведенные исследования показали, что при изготовлении муфты ЭК по ГОСТ 31446 наблюдается структурный градиент по толщине стенки муфты, заключающийся в формировании пластин верхнего и нижнего бейнита, мартенсита, мартенситно-аустенитных областей. Приложенные к муфте внешние нагрузки создают на границах пластин и на неметаллических включениях концентраторы напряжений, приводящих к зарождению, развитию трещин и последующему отказу. Анализ микротекстурных исследований показал существенные отличия в формировании кристаллографической текстуры, связанные с наличием структурного градиента при отпуске стали. Установлено, что при эксплуатации муфты ЭК усиливаются нежелательные к стойкости при СРН $\{101\}$ $\langle 0\bar{1}0 \rangle$, $\{100\}$ $\langle 001 \rangle$, $\{122\}$ $\langle 2\bar{1}0 \rangle$, $\{013\}$ $\langle 211 \rangle$ и $\{3\bar{2}6\}$ $\langle 201 \rangle$ ориентации бейнитных пластин. Показано, что специальные границы $\Sigma 3$ между $\{122\}$ $\langle 2\bar{1}0 \rangle$ и $\{111\}$ $\langle \bar{1}00 \rangle$, $\{012\}$ $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$, $\{100\}$ $\langle 001 \rangle$ пластинами бейнита проявляют блокирующее действия при распространении микротрещины. При этом специальные границы $\Sigma 13b$, $\Sigma 29a$ и $\Sigma 39a$ между бейнитными пластинами, наоборот, ускоряют распространение микротрещин. Полученные результаты важны для формирования в стали благоприятной структуры и кристаллографической текстуры, устойчивой к СРН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Askari M., Aliofkhaeaei M., Afroukhteh S. A Comprehensive Review on Internal Corrosion and Cracking of Oil and Gas Pipelines // *Journal of Natural Gas Science and Engineering*. 2019. Vol. 71. Article number 102971. DOI: [10.1016/j.jngse.2019.102971](https://doi.org/10.1016/j.jngse.2019.102971).
2. Wang Z.B., Pang L., Zheng Y.G. A review on underdeposit corrosion of pipelines in oil and gas fields: Testing methods, corrosion mechanisms and mitigation strategies // *Corrosion Communications*. 2022. Vol. 7. P. 70–81. DOI: [10.1016/j.corcom.2022.03.007](https://doi.org/10.1016/j.corcom.2022.03.007).
3. Выбойщик М.А., Иоффе А.В. Научные основы разработки и методология создания сталей для производства нефтепромысловых труб повышенной прочности и коррозионной стойкости // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2019. № 1. С. 13–20. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-1-13-20](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-1-13-20).
4. Ткачева В.Э., Маркин А.Н., Кшнякин Д.В., Мальцев Д.И., Носов В.В. Коррозия внутрискважинного оборудования в сероводородсодержащих средах // *Практика противокоррозионной защиты*. 2021. Т. 26. № 2. С. 7–26. DOI: [10.31615/j.corros.prot.2021.100.2-1](https://doi.org/10.31615/j.corros.prot.2021.100.2-1).
5. Sitedikov V.D., Nikolaev A.A., Ivanov G.V., Makatrov A.K., Malinin A.V. Microstructure and crystallographic structure of ferritic steel subjected to stress-corrosion cracking // *Letters on Materials*. 2022. Vol. 12. № 1. P. 65–70. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-1-65-70](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-1-65-70).
6. Tale S., Ahmed R.M., Elgaddafi R.M., Teodoriu C. Sulfide Stress Cracking of C-110 Steel in a Sour Environment // *Corrosion and Materials Degradation*. 2021. Vol. 2. № 3. P. 376–396. DOI: [10.3390/cmd2030020](https://doi.org/10.3390/cmd2030020).
7. Cheng Y. Frank. Stress Corrosion Cracking of Pipelines. Great Britain: Wiley, 2013. 288 p.
8. Zhou Y. Pipeline and Energy Plant Piping: Design and Technology. Netherlands: Elsevier Science, 2013. 392 p.
9. Ситдигов В.Д., Николаев А.А., Макатров А.К., Малинин А.В., Филяева И.М., Миронов И.В. Комплексный подход к выявлению причин и механизмов разрушения стальных насосно-компрессорных муфт // *Нефтяное хозяйство*. 2022. № 6. С. 48–51. EDN: [HKAMHC](https://www.edn.ru/10.1016/j.msea.2021.141080).
10. Ren J.-Y., Li C.-S., Han Y., Li E., Gao C., Qiu C. Effect of initial martensite and tempered carbide on mechanical properties of 3Cr2MnNiMo mold steel // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 812. Article number 1410801. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141080](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141080).
11. Ohaeri E., Eduok U., Szpunar J. Hydrogen related degradation in pipeline steel: A review // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2018. Vol. 43. № 31. P. 14584–14617. DOI: [10.1016/j.ijhydene.2018.06.064](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.06.064).
12. Pourazizi R., Mohtadi-Bonab M.A., Szpunar J.A. Investigation of different failure modes in oil and natural gas pipeline steels // *Engineering Failure Analysis*. 2020. Vol. 109. Article number 104400. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2020.104400](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2020.104400).
13. Arafin M.A., Szpunar J.A. A new understanding of intergranular stress corrosion cracking resistance of pipeline steel through grain boundary character and crystallographic texture studies // *Corrosion Science*. 2009. Vol. 51. № 1. P. 119–128. DOI: [10.1016/j.corsci.2008.10.006](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.10.006).
14. Liu J., Sun J., Wei S., Lu S. The Effect of Nickel Contents on the Microstructure Evolution and Toughness of 800 MPa Grade Low Carbon Bainite Deposited Metal // *Crystals*. 2021. Vol. 11. № 6. Article number 709. DOI: [10.3390/cryst11060709](https://doi.org/10.3390/cryst11060709).
15. Zheng H., Fu L., Ji X., Ding Y., Wang W., Wen M., Shan A. Microstructural evolution and mechanical property of ultrafine-grained pearlitic steel by cold rolling: The influence of cementite morphology // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 824. Article number 141860. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141860](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141860).
16. Müller M., Britz D., Ulrich L., Staudt T., Mücklich F. Classification of Bainitic Structures Using Textural Parameters and Machine Learning Techniques // *Metals*. 2020. Vol. 10. № 5. Article number 630. DOI: [10.3390/met10050630](https://doi.org/10.3390/met10050630).
17. Qian L., Li Z., Wang T., Li D., Zhang F., Meng J. Roles of pre-formed martensite in below-Ms bainite formation, microstructure, strain partitioning and impact absorption energies of low-carbon bainitic steel // *Journal of Materials Science & Technology*. 2022. Vol. 96. P. 69–84. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.05.002](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.05.002).
18. Pak J.H., Bhadeshia H.K.D.H., Karlsson L., Keehan E. Coalesced bainite by isothermal transformation of reheated weld metal // *Science and Technology of Welding and Joining*. 2008. Vol. 13. № 7. P. 593–597. DOI: [10.1179/136217108X338926](https://doi.org/10.1179/136217108X338926).
19. Zajac S., Schwinn V., Tacke K.-H. Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels // *Materials Science Forum*. 2005. Vol. 500–501. P. 387–394. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387).
20. Rampelberg C., Allain S.Y.P., Geandier G., Teixeira J., Lebel F., Sourmail T. Carbide-Free Bainite Transformations Above and Below Martensite Start Temperature

- Investigated by In-Situ High-Energy X-Ray Diffraction // JOM: The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society. 2021. Vol. 73. № 11. P. 3181–3194. DOI: [10.1007/s11837-021-04903-8](https://doi.org/10.1007/s11837-021-04903-8).
21. Sun Y., Wang Q., Gu S., He Z., Wang Q., Zhang F. Sulfide Stress Cracking Behavior of a Martensitic Steel Controlled by Tempering Temperature // Materials (Basel). 2018. Vol. 11. № 3. Article number 412. DOI: [10.3390/ma11030412](https://doi.org/10.3390/ma11030412).
 22. Лобанов М.Л., Бородина М.Д., Данилов С.В., Пышминцев И.Ю., Струин А.О. Текстурированная наследственность при фазовых превращениях в малоуглеродистой низколегированной трубной стали после контролируемой термомеханической обработки // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2017. Т. 60. № 11. С. 910–918. DOI: [10.17073/0368-0797-2017-11-910-918](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-11-910-918).
 23. Лобанов М.Л., Русаков Г.М., Редикульцев А.А., Беликов С.В., Карабаналов М.С., Струина Е.Р., Гервасьев А.М. Исследование специальных разориентаций в речном мартенсите низкоуглеродистой стали методом ориентационной микроскопии // Физика металлов и металловедение. 2016. Т. 117. № 3. С. 266–271. DOI: [10.7868/S0015323016030086](https://doi.org/10.7868/S0015323016030086).
 24. Song T., Cooman B.C.D. Martensite Nucleation at Grain Boundaries Containing Intrinsic Grain Boundary Dislocations // ISIJ International. 2014. Vol. 54. № 10. P. 2394–240. DOI: [10.2355/isijinternational.54.2394](https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.2394).
- ## REFERENCES
1. Askari M., Aliofkhaeaei M., Afroukhteh S. A Comprehensive Review on Internal Corrosion and Cracking of Oil and Gas Pipelines. *Journal of Natural Gas Science and Engineering*, 2019, vol. 71, article number 102971. DOI: [10.1016/j.jngse.2019.102971](https://doi.org/10.1016/j.jngse.2019.102971).
 2. Wang Z.B., Pang L., Zheng Y.G. A review on under-deposit corrosion of pipelines in oil and gas fields: Testing methods, corrosion mechanisms and mitigation strategies. *Corrosion Communications*, 2022, vol. 7, pp. 70–81. DOI: [10.1016/j.corcom.2022.03.007](https://doi.org/10.1016/j.corcom.2022.03.007).
 3. Vyboyshchik M.A., Ioffe A.V. Scientific basis of development and the methodology of creation of steels for the production of oilfield casing and tubular goods with the increased strength and corrosion resistance. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2019, no. 1, pp. 13–20. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-1-13-20](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-1-13-20).
 4. Tkacheva V.E., Markin A.N., Kshnyakin D.V., Maltsev D.I., Nosov V.V. Corrosion of downhole equipment in hydrogen sulfur-containing environments. *Praktika protivokorroziionnoy zashchity*, 2021, vol. 26, no. 2, pp. 7–26. DOI: [10.31615/j.corros.prot.2021.100.2-1](https://doi.org/10.31615/j.corros.prot.2021.100.2-1).
 5. Sitdikov V.D., Nikolaev A.A., Ivanov G.V., Makatrov A.K., Malinin A.V. Microstructure and crystallographic structure of ferritic steel subjected to stress-corrosion cracking. *Letters on Materials*, 2022, vol. 12, no. 1, pp. 65–70. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-1-65-70](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-1-65-70).
 6. Tale S., Ahmed R.M., Elgaddafi R.M., Teodoriu C. Sulfide Stress Cracking of C-110 Steel in a Sour Environment. *Corrosion and Materials Degradation*, 2021, vol. 2, no. 3, pp. 376–396. DOI: [10.3390/cmd2030020](https://doi.org/10.3390/cmd2030020).
 7. Cheng Y. *Frank. Stress Corrosion Cracking of Pipelines*. Great Britain, Wiley Publ., 2013. 288 p.
 8. Zhou Y. *Pipeline and Energy Plant Piping: Design and Technology*. Netherlands, Elsevier Science Publ., 2013. 392 p.
 9. Sitdikov V.D., Nikolaev A.A., Makatrov A.K., Malinin A.V., Filyaeva I.M., Mironov I.V. An integrated approach to identifying causes and mechanisms of destruction of steel tubing couplings. *Neftyanoe khozyaystvo*, 2022, no. 6, pp. 48–51. EDN: [HKAMHFC](https://elibrary.ru/hkamhfc).
 10. Ren J.-Y., Li C.-S., Han Y., Li E., Gao C., Qiu C. Effect of initial martensite and tempered carbide on mechanical properties of 3Cr2MnNiMo mold steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 812, article number 1410801. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141080](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141080).
 11. Ohaeri E., Eduok U., Szpunar J. Hydrogen related degradation in pipeline steel: A review. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2018, vol. 43, no. 31, pp. 14584–14617. DOI: [10.1016/j.ijhydene.2018.06.064](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.06.064).
 12. Pourazizi R., Mohtadi-Bonab M.A., Szpunar J.A. Investigation of different failure modes in oil and natural gas pipeline steels. *Engineering Failure Analysis*, 2020, vol. 109, article number 104400. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2020.104400](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2020.104400).
 13. Arafin M.A., Szpunar J.A. A new understanding of intergranular stress corrosion cracking resistance of pipeline steel through grain boundary character and crystallographic texture studies. *Corrosion Science*, 2009, vol. 51, no. 1, pp. 119–128. DOI: [10.1016/j.corsci.2008.10.006](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.10.006).
 14. Liu J., Sun J., Wei S., Lu S. The Effect of Nickel Contents on the Microstructure Evolution and Toughness of 800 MPa Grade Low Carbon Bainite Deposited Metal. *Crystals*, 2021, vol. 11, no. 6, article number 709. DOI: [10.3390/cryst11060709](https://doi.org/10.3390/cryst11060709).
 15. Zheng H., Fu L., Ji X., Ding Y., Wang W., Wen M., Shan A. Microstructural evolution and mechanical property of ultrafine-grained pearlitic steel by cold rolling: The influence of cementite morphology. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 824, article number 141860. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141860](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141860).
 16. Müller M., Britz D., Ulrich L., Staudt T., Mücklich F. Classification of Bainitic Structures Using Textural Parameters and Machine Learning Techniques. *Metals*, 2020, vol. 10, no. 5, article number 630. DOI: [10.3390/met10050630](https://doi.org/10.3390/met10050630).
 17. Qian L., Li Z., Wang T., Li D., Zhang F., Meng J. Roles of pre-formed martensite in below-Ms bainite formation, microstructure, strain partitioning and impact absorption energies of low-carbon bainitic steel. *Journal of Materials Science & Technology*, 2022, vol. 96, pp. 69–84. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.05.002](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.05.002).
 18. Pak J.H., Bhadeshia H.K.D.H., Karlsson L., Keehan E. Coalesced bainite by isothermal transformation of reheated weld metal. *Science and Technology of Welding and Joining*, 2008, vol. 13, no. 7, pp. 593–597. DOI: [10.1179/136217108X338926](https://doi.org/10.1179/136217108X338926).
 19. Zajac S., Schwinn V., Tacke K.-H. Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels. *Materials Science Forum*, 2005, vol. 500-501, pp. 387–394. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387).

20. Rampelberg C., Allain S.Y.P., Geandier G., Teixeira J., Lebel F., Sourmail T. Carbide-Free Bainite Transformations Above and Below Martensite Start Temperature Investigated by In-Situ High-Energy X-Ray Diffraction. *JOM: The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*, 2021, vol. 73, no. 11, pp. 3181–3194. DOI: [10.1007/s11837-021-04903-8](https://doi.org/10.1007/s11837-021-04903-8).
21. Sun Y., Wang Q., Gu S., He Z., Wang Q., Zhang F. Sulfide Stress Cracking Behavior of a Martensitic Steel Controlled by Tempering Temperature. *Materials (Basel)*, 2018, vol. 11, no. 3, article number 412. DOI: [10.3390/ma11030412](https://doi.org/10.3390/ma11030412).
22. Lobanov M.L., Borodina M.D., Danilov S.V., Pyshmintsev I.Y., Struin A.O. Texture inheritance on phase transition in low-carbon, low-alloy pipe steel after thermomechanical controlled processing. *Steel in Translation*, 2017, vol. 47, no. 11, pp. 710–716. DOI: [10.17073/0368-0797-2017-11-910-918](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2017-11-910-918).
23. Lobanov M.L., Rusakov G.M., Redikul'tsev A.A., Belikov S.V., Karabanalov M.S., Struina E.R., Gervas'ev A.M. Investigation of special misorientations in lath martensite of low-carbon steel using the method of orientation microscopy. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 3, pp. 254–259. DOI: [10.7868/S0015323016030086](https://doi.org/10.7868/S0015323016030086).
24. Song T., Cooman B.C.D. Martensite Nucleation at Grain Boundaries Containing Intrinsic Grain Boundary Dislocations. *ISIJ International*, 2014, vol. 54, no. 10, pp. 2394–240. DOI: [10.2355/isijinternational.54.2394](https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.2394).

Characteristic properties of the microstructure and microtexture of medium-carbon steel subjected to sulfide stress cracking

© 2023

Andrey V. Malinin^{*1,3}, PhD (Engineering), Deputy Director

Vil D. Sitdikov^{1,4}, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Head of the laboratory

Valeria E. Tkacheva^{1,5}, PhD (Engineering), Associate Professor, Chief Specialist

Artem K. Makatrov^{1,6}, PhD (Engineering), Head of the Department

Ilya V. Valekzhanin^{1,7}, Head of the Department

*Andrey N. Markin*², PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Oil and Gas Engineering”

¹LLC “RN-BashNIPIneft”, Ufa (Russia)

²Branch of Industrial University of Tyumen in Nizhnevartovsk, Nizhnevartovsk (Russia)

*E-mail: MalininAV@bnipi.rosneft.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1185-5648>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9948-1099>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6927-9781>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2822-9072>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9472-2968>

Received 06.12.2022

Accepted 06.03.2023

Abstract: Increasing the resistance of steel products to sulfide stress cracking (SSC) is one of the topical issues of the oil and gas industry. Among various factors determining the SSC resistance of a material is the structure-phase state of the material itself and the crystallographic texture associated with it. The current paper analyzes these features using the scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), and microelectron backscattered diffraction (EBSD) techniques. As the research material, a production string (PS) coupling made of medium-carbon steel was selected, which collapsed by the mechanism of hydrogen embrittlement and subsequent SSC. For the first time, by the SEM method, using the location and mutual orientation of cementite (Fe₃C) particles, at high magnifications, the authors demonstrated the possibilities of identifying the components of upper bainite, lower bainite, and tempered martensite in steels. The presence of the detected structural components of steel was confirmed by transmission electron microscopy (TEM). Using the EBSD method, the detailed studies of microtexture were conducted to identify the type and nature of the microcrack propagation. It is established that the processes of hydrogen embrittlement and subsequent SSC lead to the formation of {101} <0 $\bar{1}$ 0>, {100} <001>, {122} <2 $\bar{1}$ 0>, {013} <211>, {111} < $\bar{1}$ 00>, {133} < $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ >, {3 $\bar{2}$ 6} <201> grain orientations. It is shown that the strengthening of orientations of {001} <110>, {100} <001>, {112} <111>, and {133} < $\bar{1}$ 2 $\bar{1}$ > types worsens the SSC resistance of the material. Using the EBSD analysis method, the influence of special grain boundaries on the nature of microcrack propagation is estimated. It is found that the Σ 3 coincident site lattice grain boundaries between the {122} <2 $\bar{1}$ 0> and {111} < $\bar{1}$ 00>, {012} < $\bar{1}$ 10>, {100} <001> plates of the upper bainite inhibit the microcrack development, and the Σ 13b, Σ 29a, and Σ 39a boundaries, on the contrary, contribute to the accelerated propagation of microcracks. For comparative analysis, similar studies were carried out in an unbroken (original) coupling before operation.

Keywords: medium-carbon steel; bainite microstructure; sulfide stress cracking; crystallographic texture.

For citation: Malinin A.V., Sitdikov V.D., Tkacheva V.E., Makatrov A.K., Valekzhanin I.V., Markin A.N. Characteristic properties of the microstructure and microtexture of medium-carbon steel subjected to sulfide stress cracking. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 1, pp. 33–44. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-1-33-44](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-1-33-44).