

Frontier Materials & Technologies

Основан в 2008 г.

№ 1

2023

16+

Ежеквартальный
научный журнал

Учредитель – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
«Тольяттинский государственный университет»

Главный редактор

Криштал Михаил Михайлович, д. ф.-м. н., профессор

*Заместитель главного редактора по направлению
«Металлургия и материаловедение»*

Мерсон Дмитрий Львович, д. ф.-м. н., профессор

*Заместитель главного редактора по направлению
«Машиностроение и машиноведение»*

Шайкин Александр Петрович, д. т. н., профессор

*Заместитель главного редактора по направлению
«Сварка, родственные процессы и технологии»*

Ковтунов Александр Иванович, д. т. н., доцент

Редакционная коллегия:

Бочкарев Петр Юрьевич, д. т. н., профессор

Бржозовский Борис Максович, д. т. н., профессор

Виноградов Алексей Юрьевич, д. т. н., к. ф.-м. н., профессор

Гаврюшин Сергей Сергеевич, д. т. н., профессор

Герштейн Грегори, д. т. н.

Гречников Федор Васильевич, академик РАН, д. т. н., профессор

Денисенко Александр Федорович, д. т. н., профессор

Казаков Александр Анатольевич, д. т. н., профессор

Карпов Михаил Иванович, член-корреспондент РАН, д. т. н., профессор

Кацман Александр Владимирович, к. ф.-м. н.

Кудря Александр Викторович, д. т. н., профессор

Кузьмин Сергей Викторович, член-корреспондент РАН, д. т. н., профессор

Ларшин Василий Петрович, д. т. н., профессор

Макаров Алексей Викторович, член-корреспондент РАН, д. т. н.

Максимова Светлана Васильевна, д. т. н.

Мулюков Радик Рафикович, член-корреспондент РАН, д. ф.-м. н., профессор

Наймарк Олег Борисович, д. ф.-м. н., профессор

Носов Николай Васильевич, д. т. н., профессор

Пилинский Александр Вениаминович, к. т. н., доцент

Романов Алексей Евгеньевич, д. ф.-м. н., профессор

Рубаник Василий Васильевич, д. т. н.

Старобинский Рудольф Натанович, д. т. н., профессор

Сундер Рамасуббу, член Индийской академии наук, к. т. н.

Табаков Владимир Петрович, д. т. н., профессор

Худобин Леонид Викторович, д. т. н., профессор

Шишков Владимир Александрович, д. т. н.

Эстрин Юрий Захарович, д. ф.-м. н., профессор

До декабря 2021 года журнал выходил под названием «Вектор науки Тольяттинского государственного университета».

Индексируется в Scopus. Включен в Перечень ВАК, ядро РИНЦ, DOAJ, CNKI. Доступен в Crossref, Google Scholar.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций (свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-83040 от 31 марта 2022 г.).

Компьютерная верстка:
Н.А. Никитенко

Ответственный/технический редактор:
Н.А. Никитенко

Адрес редакции: 445020, Россия, Самарская область, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14
Тел.: (8482) 44-91-74
E-mail: vektornaukitgu@yandex.ru

Сайт:
<https://vektornaukitech.ru>

Подписано в печать
31.03.2023.

Выход в свет 09.06.2023.

Формат 60×84 1/8.

Печать цифровая.

Усл. п. л. 9,4.

Тираж 25 экз. Заказ.

Цена свободная.

Издательство Тольяттинского государственного университета
445020, г. Тольятти,
ул. Белорусская, 14

СВЕДЕНИЯ О ЧЛЕНАХ РЕДКОЛЛЕГИИ

Главный редактор

Криштал Михаил Михайлович, доктор физико-математических наук, профессор, ректор (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Металлургия и материаловедение»

Мерсон Дмитрий Львович, доктор физико-математических наук, профессор, директор Научно-исследовательского института перспективных технологий (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Машиностроение и машиноведение»

Шайкин Александр Петрович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Энергетические машины и системы управления» (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Сварка, родственные процессы и технологии»

Ковтунов Александр Иванович, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы» (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Редакционная коллегия:

Бочкарев Петр Юрьевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения и прикладная механика» (Камышинский технологический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета, Камышин, Россия), профессор кафедры «Техническое обеспечение АПК» (Саратовский государственный аграрный университет имени Н.И. Вавилова, Саратов, Россия).

Бржозовский Борис Максевич, доктор технических наук, профессор главный научный сотрудник лаборатории теории механизмов и структуры машин (Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия).

Виноградов Алексей Юрьевич, доктор технических наук, кандидат физико-математических наук, профессор факультета механической и промышленной инженерии (Норвежский университет науки и технологии, Тронхейм, Норвегия).

Гаврюшин Сергей Сергеевич, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией компьютерных систем автоматизации производства и цифровых технологий (Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет), Москва, Россия).

Герштейн Грегори, доктор технических наук, заведующий лабораторией (Ганноверский университет имени Готфрида Вильгельма Лейбница, Ганновер, Германия).

Гречников Федор Васильевич, академик РАН, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой обработки металлов давлением (Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия).

Денисенко Александр Федорович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты» (Самарский государственный технический университет, Самара, Россия).

Казаков Александр Анатольевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Металлургические и литейные технологии», руководитель научно-испытательной лаборатории «Металлургическая экспертиза» (Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия).

Карпов Михаил Иванович, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией материаловедения (Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка, Россия).

Кацман Александр Владимирович, кандидат физико-математических наук, PhD, старший научный сотрудник (Технион – Израильский технологический институт, Хайфа, Израиль).

Кудря Александр Викторович, доктор технических наук, профессор, заместитель заведующего кафедрой металловедения и физики прочности (Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия).

Кузьмин Сергей Викторович, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, профессор, первый проректор, профессор кафедры «Оборудование и технология сварочного производства» (Волгоградский государственный технический университет, Волгоград, Россия).

Ларшин Василий Петрович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии машиностроения (Одесский национальный политехнический университет, Одесса, Украина).

Макаров Алексей Викторович, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, главный научный сотрудник, заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств (Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург, Россия).

Макимова Светлана Васильевна, доктор технических наук, старший научный сотрудник, заведующий отделом «Физико-химические процессы пайки» (Институт электросварки им. Е.О. Патона Национальной академии наук Украины, Киев, Украина).

Мулюков Радик Рафикович, член-корреспондент РАН, доктор физико-математических наук, профессор, директор (Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, Уфа, Россия).

Наймарк Олег Борисович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией «Физические основы прочности» (Институт механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук, Пермь, Россия).

Носов Николай Васильевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты» (Самарский государственный технический университет, Самара, Россия).

Пилинский Александр Вениаминович, кандидат технических наук, доцент, MSME (Master of Science in Mechanical Engineering), менеджер («Реймер Металс Корпорейшн», Лос-Анджелес, США).

Романов Алексей Евгеньевич, доктор физико-математических наук, профессор Института перспективных систем передачи данных, руководитель научно-исследовательского центра перспективных функциональных материалов и лазерных коммуникационных систем (Национальный исследовательский университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия).

Рубаник Василий Васильевич, член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, заведующий лабораторией физики металлов (Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси, Витебск, Республика Беларусь).

Старобинский Рудольф Натанович, доктор технических наук, профессор, научный консультант (консалтинг-бюро “Prof. Starobinski. Silencers. Consulting and Engineering”, Гамбург, Германия).

Сундер Рамасуббу, член Индийской академии наук, кандидат технических наук, директор (“BISS (P) Ltd”, Бангалор, Индия).

Табаков Владимир Петрович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Инновационные технологии в машиностроении» (Ульяновский государственный технический университет, Ульяновск, Россия).

Худобин Леонид Викторович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Инновационные технологии в машиностроении» (Ульяновский государственный технический университет, Ульяновск, Россия).

Шишков Владимир Александрович, доктор технических наук, начальник технического отдела (ООО «Палладио», Тольятти, Россия).

Эстрин Юрий Захарович, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры инженерных материалов (Университет им. Монаша, Мельбурн, Австралия).

СОДЕРЖАНИЕ

Исследование влияния режимов микродугового оксидирования на морфологию и параметры оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ Бао Ф., Башков О.В., Чжан Д., Люй Л., Башкова Т.И.	7
Численное моделирование температурных полей при сварке трением с перемешиванием алюминиевого сплава АА5083 Зыбин И.Н., Антохин М.С.	23
Особенности микроструктуры и микротекстуры среднеуглеродистой стали, подвергнутой сероводородному растрескиванию под напряжением Малинин А.В., Ситдииков В.Д., Ткачева В.Э., Макатров А.К., Валежжанин И.В., Маркин А.Н.	33
Скоростная чувствительность механических свойств сплава ZK60 с высокой степенью коррозионных повреждений Мерсон Е.Д., Полуянов В.А., Мягких П.Н., Мерсон Д.Л.	45
Статистические зависимости влияния времени воздействия ультразвука на прочность и другие параметры сварного соединения полипропилена Мурашкин С.В., Селиванов А.С., Спиридонов Н.Г., Савина Е.Б.	57
Усталостная прочность сварных соединений сталей 30ХГСА–40ХМФА, полученных ротационной сваркой трением Приймак Е.Ю., Кузьмина Е.А., Гладковский С.В., Вичужанин Д.И., Веселова В.Е.	69
НАШИ АВТОРЫ	83

CONTENT

The study of the influence of micro-arc oxidation modes on the morphology and parameters of an oxide coating on the D16AT aluminum alloy Bao F., Bashkov O.V., Zhang D., Lyu L., Bashkova T.I.	7
Numerical modeling of temperature fields during friction stir welding of the AA5083 aluminum alloy Zybin I.N., Antokhin M.S.	23
Characteristic properties of the microstructure and microtexture of medium-carbon steel subjected to sulfide stress cracking Malinin A.V., Sitdikov V.D., Tkacheva V.E., Makatrov A.K., Valekzhanin I.V., Markin A.N.	33
Strain rate sensitivity of mechanical properties of the ZK60 alloy with the high degree of corrosion damage Merson E.D., Poluyanov V.A., Myagkikh P.N., Merson D.L.	45
Statistical dependences of influence of ultrasonic exposure time on the strength and other parameters of a polypropylene welded joint Murashkin S.V., Selivanov A.S., Spiridonov N.G., Savina E.B.	57
Fatigue strength of 30HGSA–40HMFA welded joints produced by rotary friction welding Priymak E.Yu., Kuzmina E.A., Gladkovskii S.V., Vichuzhanin D.I., Veselova V.E.	69
OUR AUTHORS	83

Исследование влияния режимов микродугового оксидирования на морфологию и параметры оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ

© 2023

Бао Фэнъюань^{1,3}, младший научный сотрудник, инженер-исследователь
Башков Олег Викторович^{*1,4}, доктор технических наук, профессор,
заведующий кафедрой «Материаловедение и технология новых материалов»
Чжан Дан^{2,5}, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией «Машиностроение»
Люй Лань^{1,2}, аспирант

Башкова Татьяна Игоревна^{1,6}, кандидат технических наук, доцент

¹Комсомольский-на-Амуре государственный университет, Комсомольск-на-Амуре (Россия)

²Хэйлунцзянский университет науки и технологий, Харбин (Китай)

*E-mail: bashkov@knastu.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5762-7953>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3910-9797>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4150-7038>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7070-5821>

Поступила в редакцию 06.12.2022

Принята к публикации 19.01.2023

Аннотация: Эффективным способом защиты вентиляльных металлов и их сплавов является метод микродугового оксидирования (МДО), в настоящее время применяемый в различных отраслях. Однако для достижения желаемых характеристик и свойств оксидных покрытий требуется большое число экспериментов по определению оптимального режима оксидирования, что делает метод МДО трудоемким и ресурсозатратным. Одним из путей решения данной проблемы является поиск информативного параметра или нескольких параметров, использование которых при мониторинге процесса оксидирования позволит установить связь между режимами МДО и заданными характеристиками оксидных покрытий. В работе изучено влияние заданных технологических режимов МДО (плотности тока, времени оксидирования, регистрируемой в процессе МДО амплитуды сигналов акустической эмиссии (АЭ)) на морфологию и параметры оксидных покрытий (толщину δ и шероховатость поверхности R_a), наносимых на алюминиевый сплав Д16АТ, плакированный чистым алюминием. Многофакторное планирование эксперимента и проведенный регрессионный анализ позволили установить связь между двумя факторами оксидирования (плотностью тока и временем оксидирования) и параметрами получаемых покрытий. Предложен дополнительный фактор, определяемый в режиме мониторинга в процессе оксидирования как время от момента достижения максимума или минимума регистрируемой в процессе МДО амплитуды АЭ до окончания процесса оксидирования. Установлено, что введение дополнительного фактора позволяет существенно повысить достоверность зависимости между параметрами покрытий, получаемыми экспериментально и расчетным методом на основе регрессионного анализа. Отмечено, что при выполнении МДО высокая достоверность между расчетными и фактическими значениями параметров оксидных покрытий может быть достигнута при дополнительном мониторинге процесса МДО путем регистрации амплитуды АЭ.

Ключевые слова: микродуговое оксидирование; оксидное покрытие; акустическая эмиссия; многофакторный анализ; морфология поверхности; алюминиевый сплав; Д16АТ; сплавы вентиляльной группы.

Благодарности: Работа выполнена при поддержке гранта Президента РФ для государственной поддержки ведущих научных школ Российской Федерации (проект НШ-452.2022.4).

Для цитирования: Бао Ф., Башков О.В., Чжан Д., Люй Л., Башкова Т.И. Исследование влияния режимов микродугового оксидирования на морфологию и параметры оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 1. С. 7–21. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-7-21.

ВВЕДЕНИЕ

Покрытия, полученные методом микродугового оксидирования (МДО) на деталях из металлов и сплавов вентиляльной группы, выделяясь многими ценными технологическими и эксплуатационными качествами (износостойкостью, термостойкостью, электроизоляционными свойствами), занимают особое место среди применяемых в промышленности методов поверхностной обработки. Метод МДО, подобно анодному оксидированию, заключается в окислении под действием элект-

рического тока в электролите поверхностей таких металлов, как алюминий, магний, титан, а также других вентиляльных металлов. В отличие от анодного оксидирования, при МДО используются не концентрированные кислоты, а смеси различных видов солей или щелочей с низкой концентрацией. Оксидирование осуществляется при действии микродуговых разрядов, формируемых генератором импульсов высокого напряжения положительной полярности. Амплитуда импульсов может достигать 400–600 В [1], а частота следования импульсов зависит от типа генератора. В настоящее

время технология МДО не получила широкого распространения по ряду причин, к которым относится отсутствие систематизации взаимосвязей параметров, которая содержала бы практические рекомендации по достижению оптимального режима оксидирования [2].

Первоначально считалось, что оптимизация технологии МДО должна основываться только на углубленном изучении механизма МДО для выявления процесса образования оксидного покрытия. Исследования в этом направлении действительно достигли значительных результатов на ранней стадии развития технологии МДО. Например, эффективные компоненты в электролите, участвующие в процессе обработки МДО, определены на основе исследования принципа электрохимической реакции. Направление оптимизации электропитания для МДО определено на основе изучения механизма электрического пробоя [3–5].

Однако при изучении механизма микродугового окисления появились различные модели интерпретации процесса образования оксидного покрытия. Модели, признанные большинством ученых, включают: модель пробоя пузырьков на аноде, модель образования оксида на аноде с использованием напряжения пробоя U_B , модели на основе туннельного и лавинного эффектов и др.

Развитие фундаментальных исследований технологии МДО несколько ограничено отсутствием единой теоретической модели. Объем исследований механизма МДО в последние годы постепенно снижается. В то же время большое число исследований сосредоточено на оптимальном выборе параметров процесса МДО с использованием «метода оптимизации». В большинстве работ используется метод планирования многофакторного эксперимента с последующим определением корреляции между факторами обработки и параметрами свойств полученного покрытия. Это позволяет установить технические критерии для эффективного управления производством в определенных условиях [6–8]. Подобные исследования способствовали значительному развитию технологии МДО и сделали возможным применение МДО в различных отраслях.

Однако, ввиду разнообразия факторов МДО, влияющих на свойства и параметры формируемых оксидных покрытий, и видов широко применяемых сплавов вентильных металлов, необходимо проведение систематических исследований, включающих проведение экспериментов в различных условиях и использующих эффективные методы анализа результатов [9].

В настоящее время перспективным направлением исследований, направленным на решение отмеченных проблем, стал поиск сопутствующего параметра, комбинированного с факторами обработки, который бы обеспечивал комплекс свойств получаемых методом МДО покрытий в реальном времени. На основе данной концепции были предложены различные методы контроля процесса МДО: метод контроля электрических параметров в обратной цепи [10], метод визуального контроля микродуг с помощью высокоскоростной фотокамеры [11], метод индуктивного измерения толщины покрытия в реальном времени [12], метод накопления событий акустической эмиссии в процессе МДО [13–15].

Согласно теории пробоя рост оксидных покрытий основан на формировании расплавленных после высоковольтного пробоя и затвердевших на поверхности

металла оксидов. Рассеиваемая при дискретном высоковольтном пробое энергия в основном преобразуется в температуру, а некоторая часть энергии преобразуется в упругие волны, распространяющиеся в материале. Регистрируемые в процессе МДО сигналы акустической эмиссии (АЭ) могут нести информацию об источнике дискретного электрического пробоя в процессе МДО [16]. Таким образом, параметры регистрируемых сигналов АЭ могут быть использованы для описания кинетики роста оксидного покрытия в реальном времени.

Особенности технологии МДО затрудняют контроль каких-либо параметров формируемого покрытия в процессе обработки. Одними из основных наиболее востребованных параметров, определяющих свойства и качество оксидных покрытий, получаемых при МДО, являются толщина и шероховатость поверхности. Данные параметры наиболее часто встречаются в литературе и максимально характеризуют МДО-покрытия с технологической и эксплуатационной точек зрения.

Цель исследования – установление зависимости толщины и шероховатости оксидного покрытия от режимов микродугового оксидирования и поиск возможности контроля параметров формируемого оксидного покрытия в реальном времени методом акустической эмиссии.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материал и образцы

Образцы, используемые при оксидировании, представляли собой пластины толщиной 2 мм размером 20×20 мм, вырезанные из листа алюминиевого сплава Д16АТ в естественно состаренном состоянии и плакированного с обеих сторон чистым алюминием толщиной 100 мкм.

Установка для микродугового оксидирования

Схема реализации МДО приведена на рис. 1. С помощью фиксатора образец закрепляется в ванне с электролитом. Преобразователь акустической эмиссии (ПАЭ) подключается к широкополосному усилителю и устанавливается на образце выше фиксатора для предотвращения попадания электролита на электрически изолированный от образца корпус ПАЭ. Управление источником питания установки МДО, регистрацию электрических параметров оксидирования (напряжения, тока), а также регистрацию сигналов АЭ в процессе оксидирования осуществляет модуль регистрации и управления. Установка МДО может использоваться в двух режимах: ограничения по напряжению и ограничения по максимальному току. Это дает возможность регулировать характер и механизм роста оксидной пленки.

Установка обеспечивает формирование однополярных импульсов положительной полярности. Схема установки построена на трехфазном двухполупериодном выпрямителе с тиристорным управлением. Электронная схема установки работает под управлением компьютера со специализированным программным обеспечением. Выпрямитель формирует импульсы напряжения с частотой 300 Гц и регулируемой длительностью, которая определяется током или напряжением оксидирования в соответствии с заданным режимом. В работе использовался режим ограничения по максимальному току.

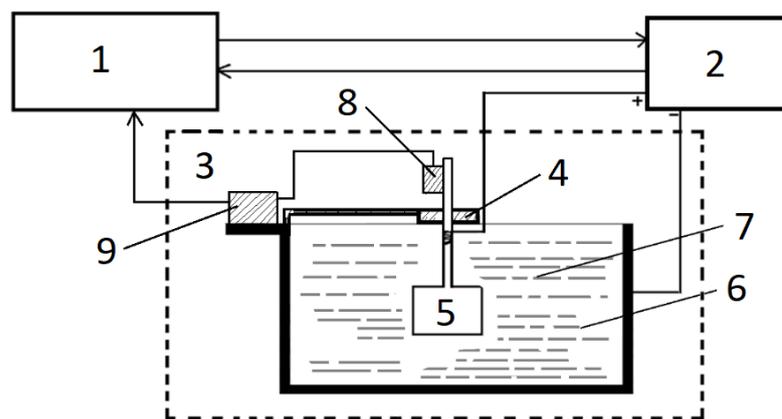


Рис. 1. Схема установки МДО и регистрации данных:
 1 – модуль регистрации и управления; 2 – источник питания; 3 – ячейка для выполнения оксидирования;
 4 – фиксатор; 5 – образец; 6 – ванна; 7 – электролит;
 8 – преобразователь акустической эмиссии (ПАЭ); 9 – усилитель

Fig. 1. The scheme of a unit for MAO and data registration:
 1 – registration and control module; 2 – power source; 3 – oxidation cell;
 4 – clamp; 5 – sample; 6 – bath; 7 – electrolyte;
 8 – acoustic emission transducer (AET); 9 – amplifier

Для предотвращения нагрева электролита выше 40 °С в процессе оксидирования использовалось его термостатирование с помощью водоохлаждающего змеевика, находящегося в ванне, изготовленной из нержавеющей стали и выполняющей роль катода. МДО всех образцов выполняли в электролите состава $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{KOH} + \text{дистиллированная вода}$ [17; 18].

Регистрация и анализ сигналов АЭ выполнялись с использованием системы на базе аналогово-цифрового преобразователя Adlink PCI-9812 и программного обеспечения AE Pro 2.0. В качестве преобразователя АЭ использовался широкополосный ПАЭ модели GT301 с частотным диапазоном 50–550 кГц. Коэффициент усиления усилителя сигналов АЭ составлял 40 дБ. ПАЭ устанавливался на пластине из алюминиевого сплава Д16АТ, являющейся продолжением образца.

Методика проведения эксперимента

В данной работе применение методики многофакторного планирования и анализа позволило определить степень взаимосвязи факторов процесса МДО, а также их влияние на параметры получаемых оксидных покрытий. Варьируемыми факторами являлись значение плотности тока оксидирования i и время окисления t .

Режимы оксидирования, заданные матрицей планирования двухфакторного эксперимента, представлены в таблице 1.

Во время оксидирования регистрировали действующее значение импульсного напряжения оксидирования U_d на нагрузке в цепи обратной связи. Этот параметр необходим для управления процессом МДО после установления связи между заданными режимами и искомыми значениями параметров покрытий.

Таблица 1. Матрица факторного планирования эксперимента
Table 1. The experiment factor planning matrix

Фактор	Образцы								
	D1	D20	D10	D11	D5	D19	D12	D21	D9
Плотность тока i , А/дм ²	22			48			74		
Время обработки t , с	180	900	1620	180	900	1620	180	900	1620

Примечание. Цифра после буквы D в обозначении образцов означает порядковый номер серии испытаний, проводимых во время исследований, и не связана с номером факторного планирования эксперимента. В каждой серии выполнялось как минимум по три эксперимента, позволяющих обеспечить его статистическую повторяемость и достоверность.

Note. A number after the letter D in the designation of samples indicates the numerical order of a test series conducted during the research and is not associated with the number of experiment factor planning. At least three experiments were performed in each series to ensure its statistical repeatability and reliability.

После оксидирования, выполненного в запланированных режимах, образцы промывали в дистиллированной воде и обезжиривали. Далее проводили анализ поверхности, который выполнялся на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Hitachi S-3400N в двух режимах: режиме вторичных электронов (SE) для наблюдения каналов, образованных в результате МДО, и режиме обратно-рассеянных электронов (BSE) для изучения рельефа поверхности.

В качестве информативных параметров получаемого оксидного покрытия были выбраны толщина δ и шероховатость поверхности R_a . Толщина покрытий определялась на СЭМ после подготовки поперечных шлифов. Шероховатость R_a определялась портативным измерителем шероховатости TR200.

Для установления связи заданных режимов МДО с параметрами получаемых оксидных покрытий использовался регрессионный анализ. Методика состоит в решении уравнений линейной регрессии с использованием параметров режимов МДО (плотности тока оксидирования i и времени окисления t) в качестве входных варьируемых факторов, а также значений параметров полученных оксидных покрытий (толщины δ , шероховатости поверхности R_a) в качестве выходных результатов. Новизна исследования заключается в использовании дополнительного фактора – амплитуды АЭ, регистрируемой в режиме мониторинга в течение всего процесса оксидирования. Помимо параметров плотности тока и общего времени окисления, использовался параметр, определяемый как период времени от фиксируемого в процессе МДО момента циклического изменения амплитуды АЭ до окончания процесса оксидирования. В работе рассматриваются результаты исследования получаемых в зависимости от заданных режимов МДО оксидных покрытий. В качестве дополнительного фактора использованы различные периоды циклического изменения амплитуды АЭ. Предложенный подход позволяет повысить достоверность между расчетными и экспериментальными значениями параметров оксидных покрытий.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

По заданным в таблице 1 режимам были проведены эксперименты по нанесению МДО-покрытий. В зависимости от заданных режимов в процессе оксидирования

изменялось действующее значение импульсного напряжения оксидирования U_d , которое является важным параметром, определяющим характер формирования оксидного покрытия за счет возникновения искровых и микродуговых разрядов на поверхности пассивирующегося металла. Типовой вид временной зависимости $U_d(t)$ для образца, оксидированного при плотности тока $i=48 \text{ А/дм}^2$, приведен на рис. 2. Стрелками на рисунке отмечены временные периоды оксидирования для образцов: $t=180 \text{ с}$ для D11, $t=900 \text{ с}$ для D5, $t=1620 \text{ с}$ для D19.

На рис. 3 приведены СЭМ-изображения поверхностей МДО-покрытий, полученных в соответствии с режимами, указанными в таблице 1, при плотности тока $i=48 \text{ А/дм}^2$ и ограничениях по времени, отмеченных на рис. 2.

Из рис. 3 видно, что равномерность поверхности значительно снижается с увеличением времени обработки. В начальный период МДО низкое напряжение пробоя не приводит к образованию расплавленных оксидов на поверхности образца из-за низкой интенсивности микродуговых разрядов. Кроме того, приблизительно одинаковые диэлектрические свойства оксидного слоя вдоль всей поверхности позволяют равномерно распределить на образце плотную сетку микродуговых разрядов. Однако повышенная плотность тока в выступающих частях подложки приводит к относительно шероховатой поверхности в локальных зонах. В целом шероховатость исходной поверхности подложки оказывает большое влияние на качество результирующего МДО-покрытия, так как морфология оксидного покрытия на данной стадии повторяет поверхность подложки, усиливая рельеф.

На рис. 3 с показана морфология поверхности покрытия в следующий период оксидирования, ограниченный временными границами эксперимента (образец D19 на рис. 2). По изображению, полученному с помощью СЭМ в режиме SE, видно, что диаметр каналов в данном периоде оксидирования практически не увеличился. Однако увеличились неравномерность рельефа и распределение каналов по поверхности, вызванные образованием расплавленных оксидов, перекрывающих существующие каналы в результате локальных интенсивных микродуговых разрядов. Неравномерное распределение мест пробоя привело к значительному увеличению шероховатости поверхности покрытия.

Трехмерные графики (рис. 4), полученные с помощью кубической интерполяции экспериментальных

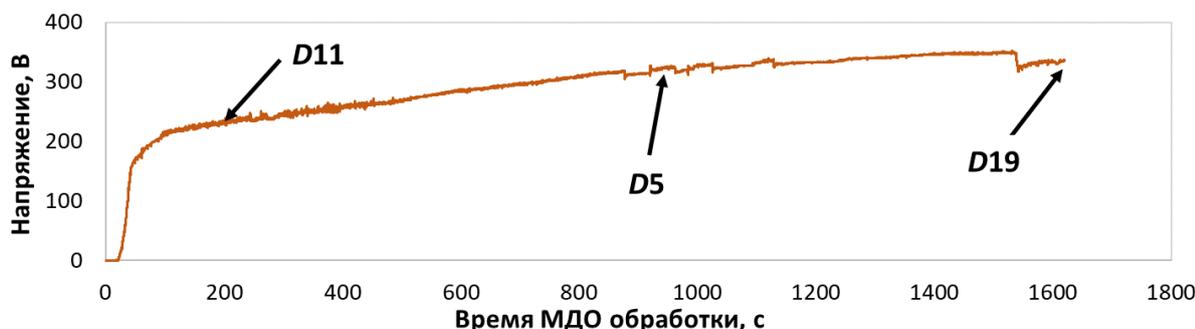


Рис. 2. Диаграмма зависимости напряжения от времени МДО
Fig. 2. The diagram of the voltage dependence on the MAO time

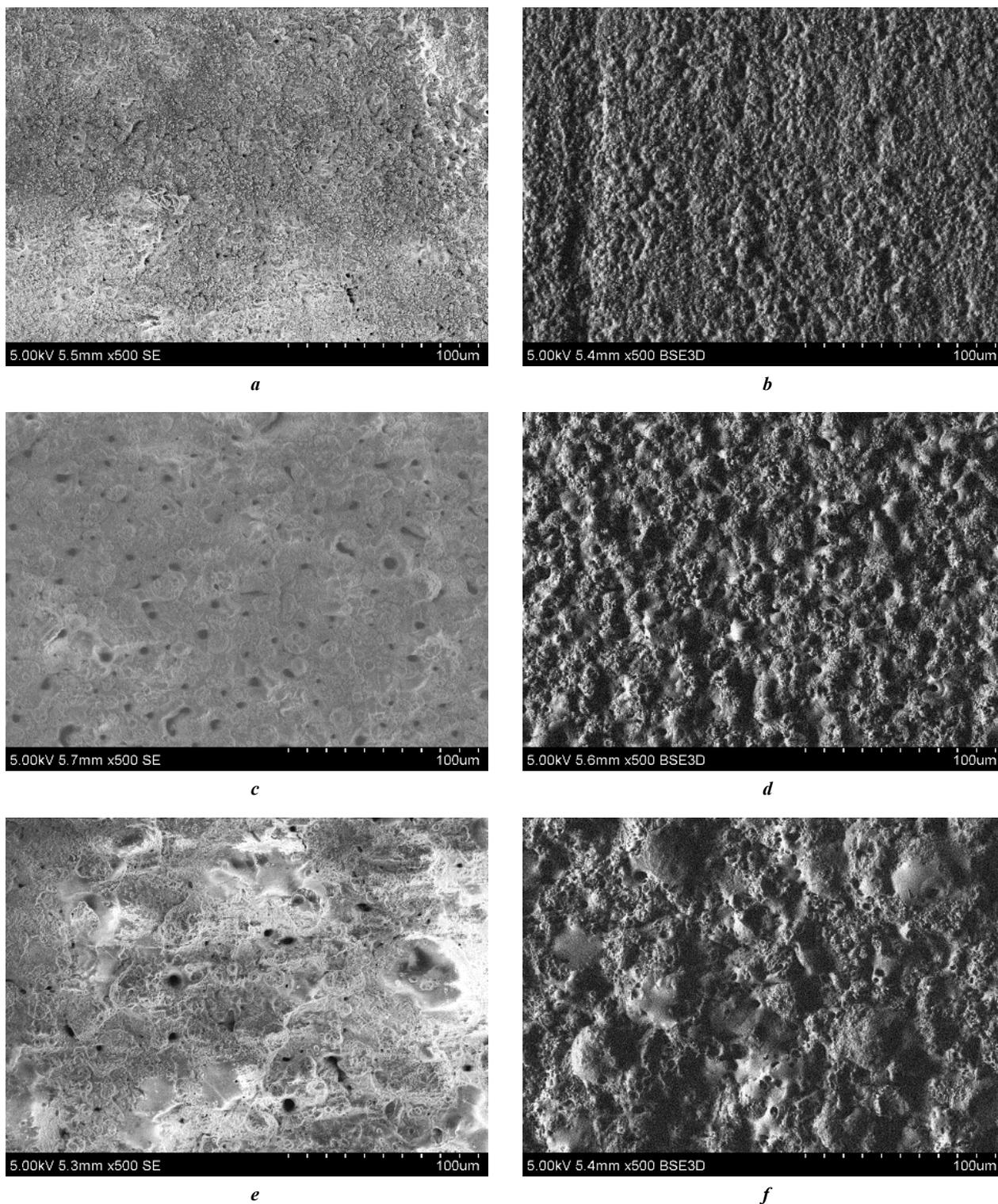


Рис. 3. Морфология поверхности МДО-покрытия для образцов:

a, b – D11; *c, d* – D5; *e, f* – D19

Fig. 3. MAO-coating surface morphology for the samples:

a, b – D11; *c, d* – D5; *e, f* – D19

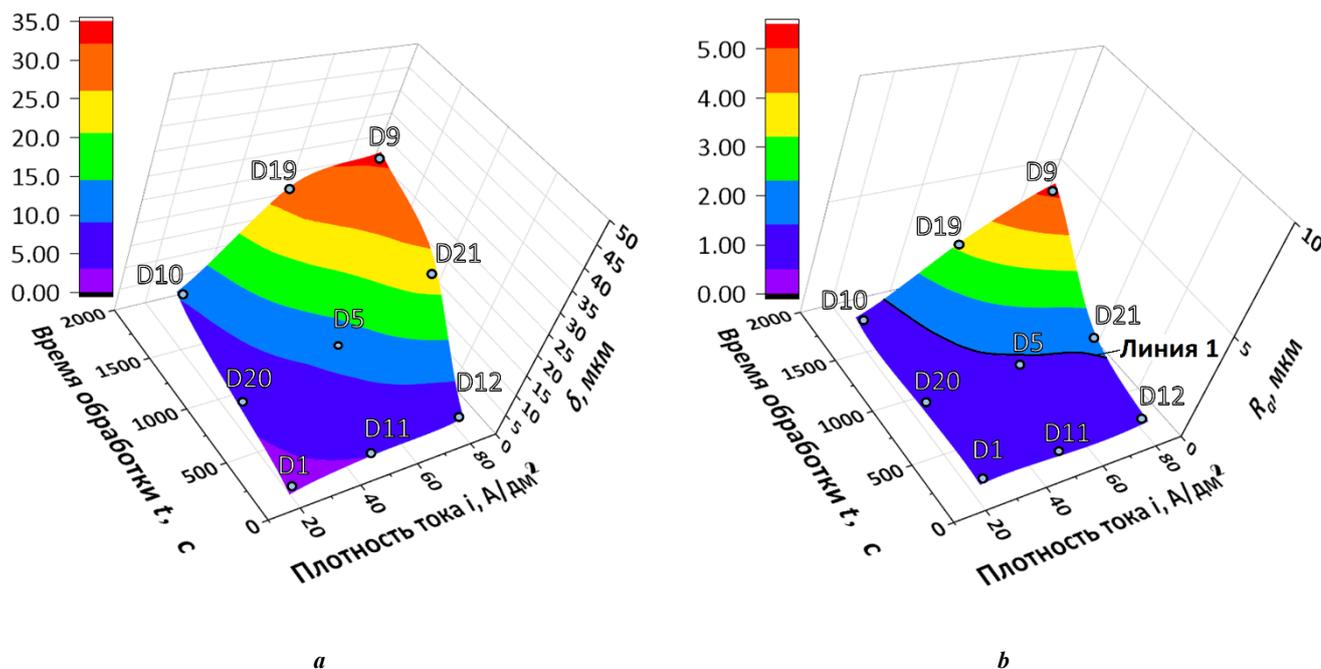


Рис. 4. Трехмерные зависимости параметров МДО-покрытий от заданных факторов: *a* – $\delta(i, t)$; *b* – $R_a(i, t)$
 Fig. 4. 3-D dependences of the MAO-coating parameters on the specified factors: *a* – $\delta(i, t)$; *b* – $R_a(i, t)$

данных значений параметров оксидных покрытий (δ и R_a) от режимов МДО (i, t). Это необходимо при выборе диапазона оптимальных параметров обработки. На графиках трехмерной зависимости точками отмечены экспериментальные значения измеряемых параметров, полученные при заданных режимах МДО.

Из трехмерных зависимостей можно видеть, что значения δ и R_a не во всем диапазоне имеют одинаковую функцию роста измеряемого параметра от заданных факторов (i, t) [19], и в определенном диапазоне значений факторов существенного изменения параметров δ и R_a не наблюдается.

Для установления зависимости между режимами МДО и параметрами полученных покрытий был выполнен регрессионный анализ. Полученные регрессионные уравнения измеренных в процессе МДО параметров покрытия δ и R_a и одного из электрических параметров оксидирования (действующего значения импульсного напряжения оксидирования U_D) представлены в формулах:

$$\delta = -12,199 + 0,2819 \times i + 0,0123 \times t;$$

$$R_a = -1,275 + 0,0327 \times i + 0,0015 \times t;$$

$$U_D = 95,37 + 2,1875 \times i + 0,0757 \times t.$$

В таблице 2 приведены значения параметров покрытия δ и R_a , полученных экспериментально и рассчитанных в результате решения уравнений линейной регрессии с использованием соответствующих режимов МДО для каждого образца.

Из рис. 5 а видно, что зависимости как экспериментальных, так и расчетных значений толщины покрытия δ от напряжения U_D имеют достаточно высокую достоверность линейной аппроксимации и практически сходятся между

собой. Зависимости экспериментальных и расчетных значений шероховатости R_a от напряжения U_D не совпадают по графикам линейной аппроксимации (рис. 5 б), что объясняется наследственностью рельефа поверхности образца при низкой толщине оксидного покрытия.

Однако с практической точки зрения в качестве оценки достоверности использования линейной регрессионной модели информативным графиком может являться зависимость между «экспериментальными» и «расчетными» значениями параметров оксидных покрытий (рис. 6).

Приведенные зависимости показывают, что использование линейной регрессионной модели для определения δ и R_a расчетно и экспериментально имело недостаточную точность (уровень погрешности – 0,9 и 0,8 соответственно). В связи с этим было решено использовать дополнительные параметры, получаемые с помощью метода АЭ.

На рис. 7 приведены временные диаграммы амплитуды сигналов АЭ, регистрируемых в процессе МДО. Сигналы представляют собой единичные, периодически следующие в течение всего периода оксидирования импульсы. Период следования сигналов АЭ зависит от частоты генератора импульсов установки МДО. Амплитуда и другие параметры сигналов АЭ зависят от режима и особенностей оксидирования. Что касается временной зависимости амплитуды сигналов АЭ (рис. 7), на диаграммах наблюдаются различия в зависимости от установленных значений тока i и времени t , прошедшего от начала оксидирования. Необходимо отметить, что характер изменения амплитуды регистрируемых в начальный период оксидирования сигналов АЭ сохраняется вне зависимости от плотности тока i . В зависимости от режимов оксидирования может наблюдаться несколько циклов увеличения и последующего снижения амплитуды регистрируемых сигналов АЭ. Однако период, в течение которого протекает цикл изменения амплитуды АЭ, для разных значений плотности тока оксидирования различен.

Таблица 2. Значения параметров МДО-покрытия
Table 2. Values of MAO-coating parameters

№ образца	Параметры МДО-покрытия					
	Экспериментальные значения			Расчетные значения		
	δ , мкм	R_a , мкм	U_D , В	δ , мкм	R_a , мкм	U_D , В
D20	5,4±0,8	0,77±0,08	198±10	6,33	0,79	212
D10	10,1±2,1	0,87±0,10	254±14	16,20	1,87	266
D11	4,1±1,0	0,71±0,11	254±14	3,80	0,56	214
D5	12,4±2,2	1,33±0,22	281±14	13,67	1,64	269
D19	28,4±2,7	3,16±0,34	348±15	23,53	2,72	323
D12	5,5±1,0	0,83±0,11	254±12	11,41	1,45	273
D21	24,6±2,6	1,84±0,25	343±16	21,27	2,53	328
D9	32,1±2,7	4,97±0,36	362±16	31,14	3,61	382

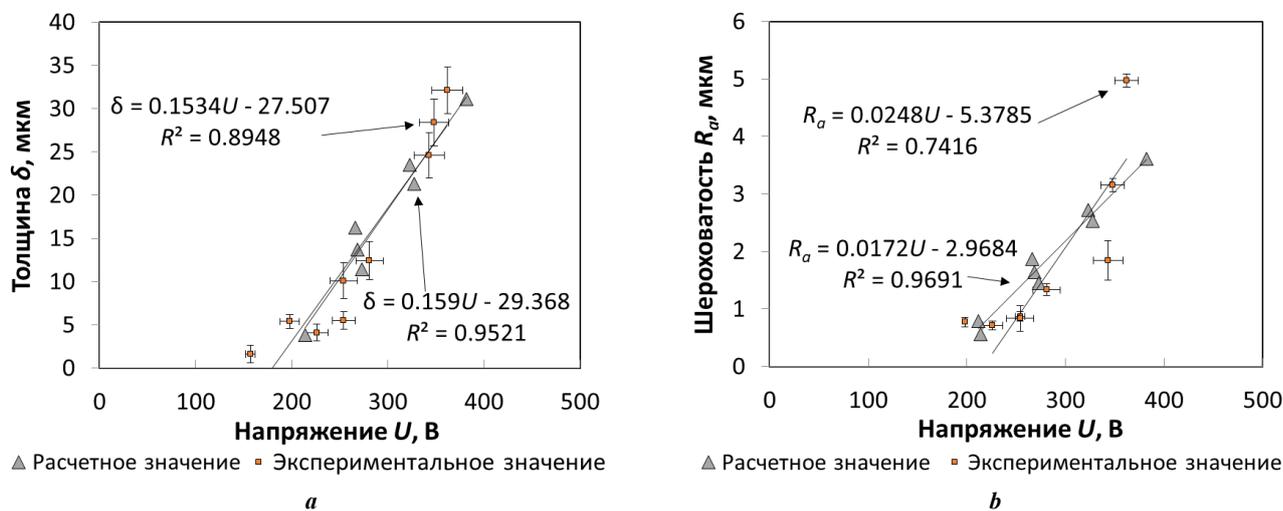


Рис. 5. Зависимости экспериментальных и расчетных значений параметров покрытий от напряжения U_D :

$a - \delta(U_D)$; $b - R_a(U_D)$

Fig. 5. The dependences of experimental and calculated values of the parameters of coatings on the voltage U_D :

$a - \delta(U_D)$; $b - R_a(U_D)$

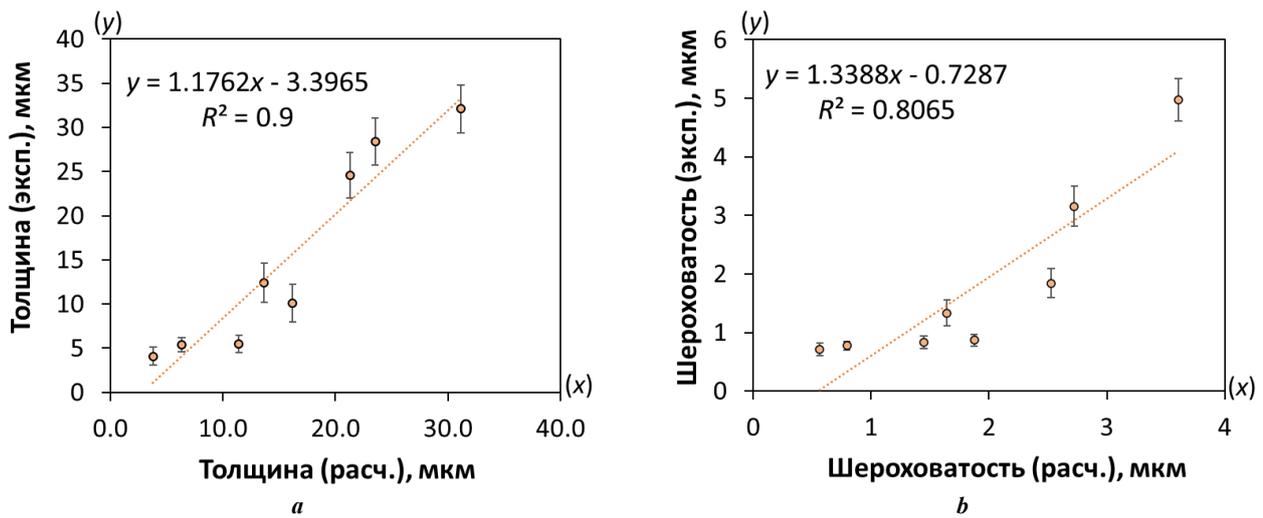


Рис. 6. График, связывающий экспериментальные и расчетные значения параметров МДО-покрытия:
a – толщина покрытия; *b* – шероховатость покрытия
Fig. 6. A graph relating the experimental and calculated values of the MAO-coating parameters:
a – coating thickness; *b* – coating roughness

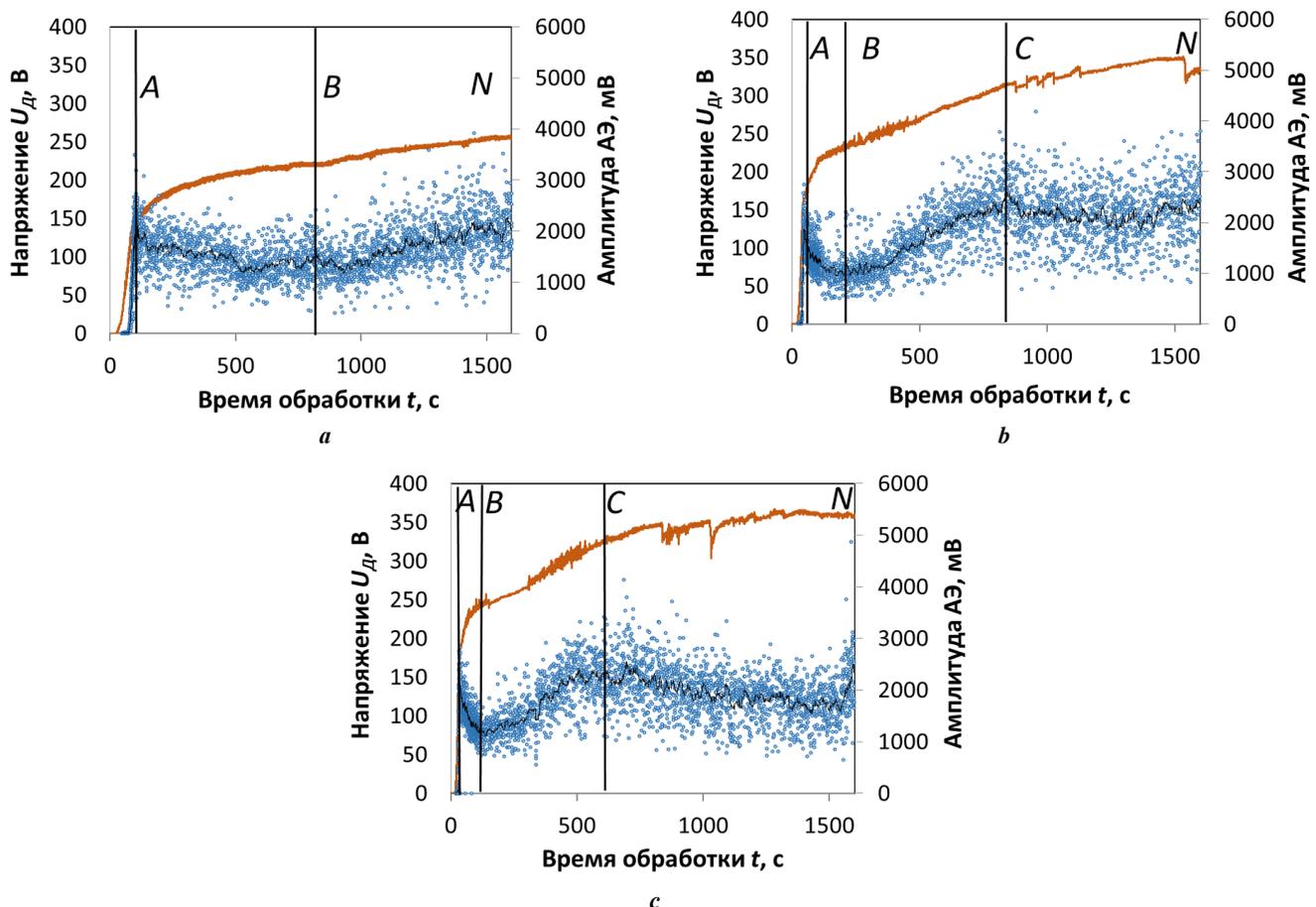


Рис. 7. Диаграммы временных зависимостей амплитуды АЭ и напряжения оксидирования, регистрируемых в процессе МДО:
a – образец D10; *b* – образец D19; *c* – образец D9.
 На диаграммах: А – граница стадий 1 и 2; В – граница стадий 2 и 3;
 С – граница стадий 3 и 4; N – завершение процесса МДО
Fig. 7. Time diagrams of the AE amplitude and oxidation voltage registered during MAO:
a – sample D10; *b* – sample D19; *c* – sample D9.
 In the diagrams: A – the boundary of the 1 and 2 stages; B – the boundary of the 2 and 3 stages;
 C – the boundary of the 3 and 4 stages; N – MAO process termination

Процесс изменения амплитуды регистрируемых сигналов АЭ можно разделить на 4 стадии. Границы стадий обозначены буквами и сопоставлены с изменением во времени значения регистрируемого напряжения U_d . Для количественной оценки значений амплитуды АЭ, регистрируемой в процессе МДО, в качестве дополнительного нового фактора использовались значения периодов времени (AN , BN и CN) с момента окончания каждой из стадий (OA , AB и BC соответственно) и до завершения процесса МДО. Данные периоды были использованы для построения линейных регрессионных уравнений и приведены в таблице 3 как факторы оксидирования P_1 , P_2 и P_3 .

Следует отметить, что в таблице 3 у некоторых режимов фактически отсутствуют значения параметров P_2 и P_3 . Это связано с тем, что при выборе режимов с коротким временем окисления или низким значением плотности тока процесс оксидирования до стадии P_2 или P_3 может не пройти.

Уравнения линейной регрессии при расчете значений параметров покрытия с использованием фактора P_1 имеют вид:

$$\delta = 11,922 + 0,018 \times i - 0,2267 \times t + 0,2426 \times P_1;$$

$$R_a = 2,3277 - 0,0067 \times i - 0,0344 \times t + 0,0362 \times P_1.$$

Уравнения линейной регрессии при расчете значений параметров покрытия с использованием фактора P_2 имеют вид:

$$\delta = -7,8397 + 0,018 \times i - 0,0014 \times t + 0,0174 \times P_2;$$

$$R_a = -1,2374 - 0,0229 \times i + 0,00000955 \times t + 0,0026 \times P_2.$$

Уравнения линейной регрессии при расчете значений параметров покрытия с использованием фактора P_3 имеют вид:

$$\delta = -0,0001 + 60,3825 \times i + 8,5813 \times t - 8,5 \times P_3;$$

$$R_a = 1528,2181 - 9,1459 \times i - 1,31 \times t + 1,3 \times P_3.$$

В таблице 4 приведены значения параметров покрытия δ и R_a , полученных экспериментально и рассчитанных

с использованием дополнительного фактора.

На первой стадии OA до напряжения, равного 150–250 В, в определенный момент начинается достаточно быстрый рост амплитуды сигналов до значений в 2500–3000 мВ. Затем амплитуда сигналов начинает плавно снижаться. Чем больше плотность тока оксидирования, тем выше скорость снижения. Здесь и далее приводятся значения амплитуды сигналов, регистрируемых ПАЭ модели GT301, установленной на пластине из дюралюминия, которая выполняет роль волновода и является продолжением образца, используемого при оксидировании. По истечении определенного времени оксидирования амплитуда регистрируемых сигналов достигает определенного минимума (стадия AB), после чего рост амплитуды возобновляется и достигает нового максимума (стадия BC). Далее, в зависимости от длительности МДО, процесс изменения амплитуды регистрируемых сигналов АЭ может повториться. Еще один полный цикл снижения и последующего подъема амплитуды наблюдается при оксидировании образцов с плотностью тока 48 и 74 А/дм².

Как видно из рис. 7, на начальной стадии OA при высокой скорости роста напряжения оксидирования U_d на поверхности анода начинается образование барьерной пленки и появление свечения, сопровождаемого образованием большого числа мелких пузырьков. Амплитуда регистрируемых сигналов АЭ начинается со значений в 5–50 мВ в начале и быстро повышается до 2300 мВ к концу стадии OA .

На рис. 8 представлены графики, связывающие экспериментальные и расчетные значения параметров МДО-покрытия при участии фактора АЭ P_1 как дополнительного фактора в регрессионном расчете. Границей стадии OA для определения параметра P_1 является достижение значений максимальной амплитуды АЭ на первом цикле изменения амплитуды АЭ в период оксидирования.

Используя время достижения стадии P_1 , можно обнаружить, что достоверность линейной аппроксимации между значениями расчетных и экспериментальных значений толщины δ и шероховатости оксидного покрытия R_a значительно выше (рис. 8) в сравнении с результатами регрессионного расчета без дополнительного фактора P_1 (рис. 6).

Представленная на рис. 4 трехмерная зависимость показывает, что шероховатость покрытия резко возрастает при достижении некоторой критической линии 1

Таблица 3. Параметры АЭ
Table 3. AE parameters

Период окисления, с	№ образца								
	D1	D20	D10	D11	D5	D19	D12	D21	D9
AN (P_1)	109±5	808±7	1515±8	135±7	859±6	1575±5	151±7	868±8	1587±5
BN (P_2)	–	400±15	690±20	–	700±18	1394±16	46±10	768±14	1479±14
CN (P_3)	–	–	–	–	70±23	795±20	–	258±18	984±21

Таблица 4. Результаты эксперимента
Table 4. Test results

№ образца	Экспериментальные значения		Расчетные значения					
	δ, мкм	R _{av} , мкм	δ, мкм			R _{av} , мкм		
			P ₁	P ₂	P ₃	P ₁	P ₂	P ₃
D20	5,4±0,8	0,77±0,08	4,3	4,4	–	0,5	0,31	–
D10	10,1±2,4	0,87±0,10	12,6	10,4	–	1,3	1,07	–
D11	4,1±1,0	0,71±0,11	4,7	–	–	0,7	–	–
D5	12,4±2,5	1,33±0,22	17,2	14,5	16,7	2,1	1,70	1,32
D19	28,4±2,7	3,16±0,34	27,6	27,5	32,7	3,3	3,51	3,14
D12	5,5±1,0	0,83±0,11	9,1	7,0	–	1,1	0,60	–
D21	24,6±2,8	1,84±0,25	19,8	20,5	28,9	2,3	2,49	1,83
D9	32,1±2,7	4,97±0,36	31,0	33,9	36,4	3,5	4,35	4,95

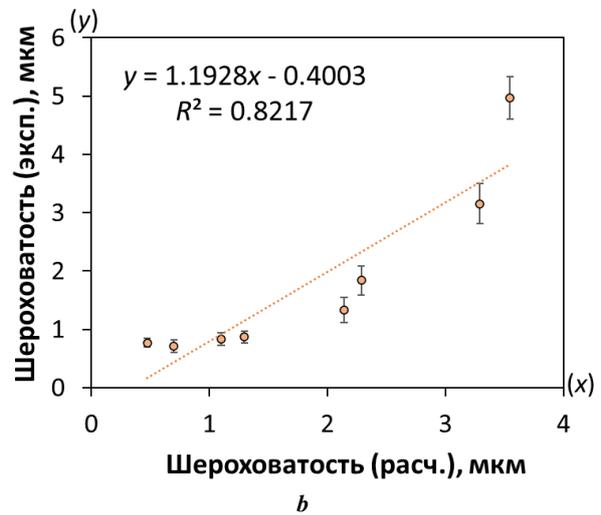
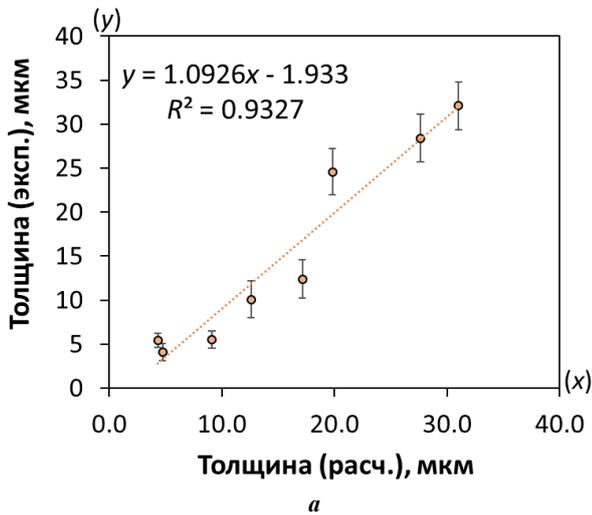


Рис. 8. График, связывающий экспериментальные и расчетные значения толщины δ (а) и шероховатости R_a (б) покрытия при участии фактора P₁
Fig. 8. A graph relating the experimental and calculated values of the thickness δ (a) and roughness R_a (b) of the coating with the participation of the P₁ factor

под действием двух факторов. Однако в течение периода оксидирования, соответствующего первой стадии OA (рис. 7 а), резкого увеличения шероховатости покрытия R_a не наблюдается, так как в течение данного периода происходит формирование барьерного слоя без устойчивого роста оксидного покрытия, а шероховатость определяется наследственным рельефом поверхности образца, подготовленной перед оксидированием. Поэтому результаты линейной регрессии по фактору P_1 , характеризующему шероховатость покрытия, имеют достаточно невысокое значение достоверности линейной аппроксимации $R^2=0,8217$ с экспериментальными значениями (рис. 8 б).

На стадии AB (рис. 7 с) при достижении потенциала пробоя пассивирующей пленки на поверхности анода постепенно появляются искровые разряды. Среднее значение амплитуды АЭ на стадии AB снижается до значения 800 мВ, минимального на первом цикле изменения амплитуды сигналов АЭ.

На рис. 9 представлены графики, связывающие экспериментальные и расчетные значения толщины δ и шероховатости R_a покрытия при использовании в регрессионном анализе фактора АЭ P_2 . В отличие от фактора P_1 , период времени, определяемый по изменению амплитуды регистрируемых сигналов АЭ, сдвигается вправо по оси времени и определяется как период BN от момента завершения стадии AB до конца МДО. Границей стадии AB для определения параметра P_2 является достижение значений минимальной амплитуды АЭ в начале второго цикла изменения амплитуды АЭ.

Следует отметить, что фактор P_1 , определяемый начальной стадией обработки, включает в себя не только период МДО, но и период достижения образцом потенциала пассивации, в течение которого не происходит устойчивого роста оксидного покрытия за счет механизма МДО. Поэтому использование параметра P_2 в сравнении с P_1 , определяемого продолжительностью

обработки в течение периода BN , позволяет дополнительно повысить достоверность аппроксимации между значениями расчетных и экспериментальных данных определения толщины и шероховатости покрытия.

На стадии BC (рис. 7) средняя амплитуда сигналов АЭ увеличивается по мере роста напряжения оксидирования до максимального значения в 2500 мВ с большой дисперсией значений. Рост амплитуды сигналов происходит с одновременным увеличением размера и яркости отдельных микродуговых разрядов на поверхности анода.

На рис. 10 представлен график, связывающий экспериментальные и расчетные значения толщины δ и шероховатости R_a покрытия при использовании в регрессионном анализе дополнительного фактора P_3 . Границей стадии BC для определения параметра P_3 является достижение значений максимальной амплитуды АЭ на втором цикле изменения амплитуды АЭ во время МДО. Период CN определен от момента завершения стадии BC до конца МДО.

Из рис. 7 б, 7 с видно, что с увеличением плотности тока i граница C смещается назад по оси времени. В сочетании с анализом, представленном на рис. 4 б, 4 с, можно видеть, что для разных образцов моменты времени, определяемые границей стадии C , практически совпадают в одном и том же диапазоне двух контурных линий изменения значения δ . Это показывает, что существует связь между периодом CN , определяемым по изменению амплитуды АЭ, и толщиной покрытия δ .

Вышеприведенный анализ доказывает, что фактор P_3 имеет более тесную связь с параметрами полученного методом МДО покрытия, чем факторы P_1 и P_2 . Используя время достижения стадии P_3 как дополнительный фактор при решении уравнений линейной регрессии, как показано на рис. 9, между значениями расчетных и экспериментальных данных определения толщины и шероховатости покрытия можно достигнуть достоверности аппроксимации, равной 1.

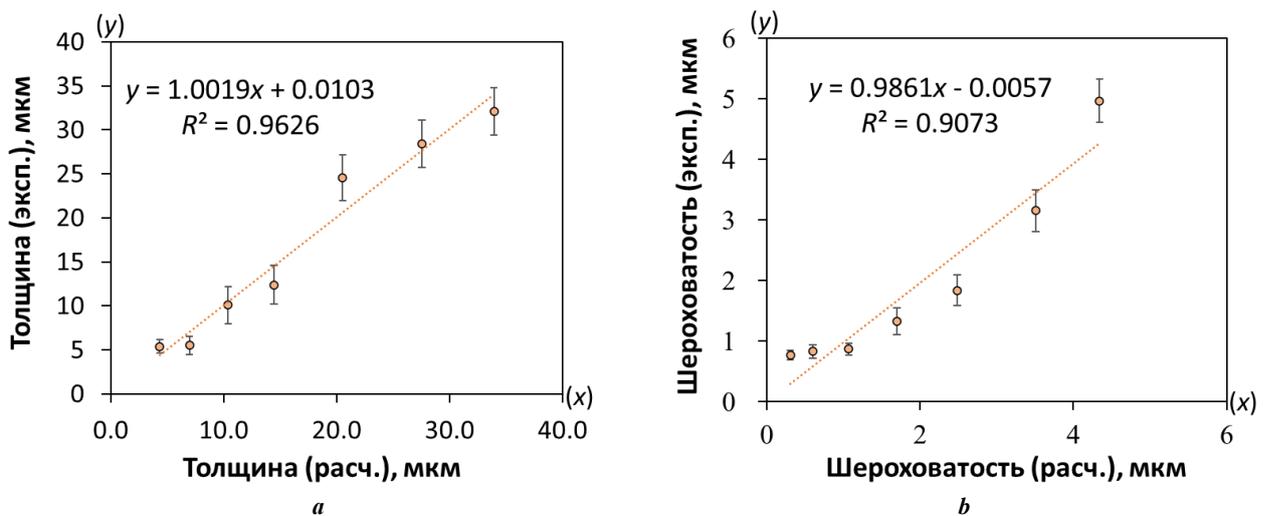


Рис. 9. График, связывающий экспериментальные и расчетные значения толщины δ (а) и шероховатости R_a (б) покрытия при участии фактора P_2

Fig. 9. A graph relating the experimental and calculated values of the thickness δ (a) and roughness R_a (b) of the coating with the participation of the P_2 factor

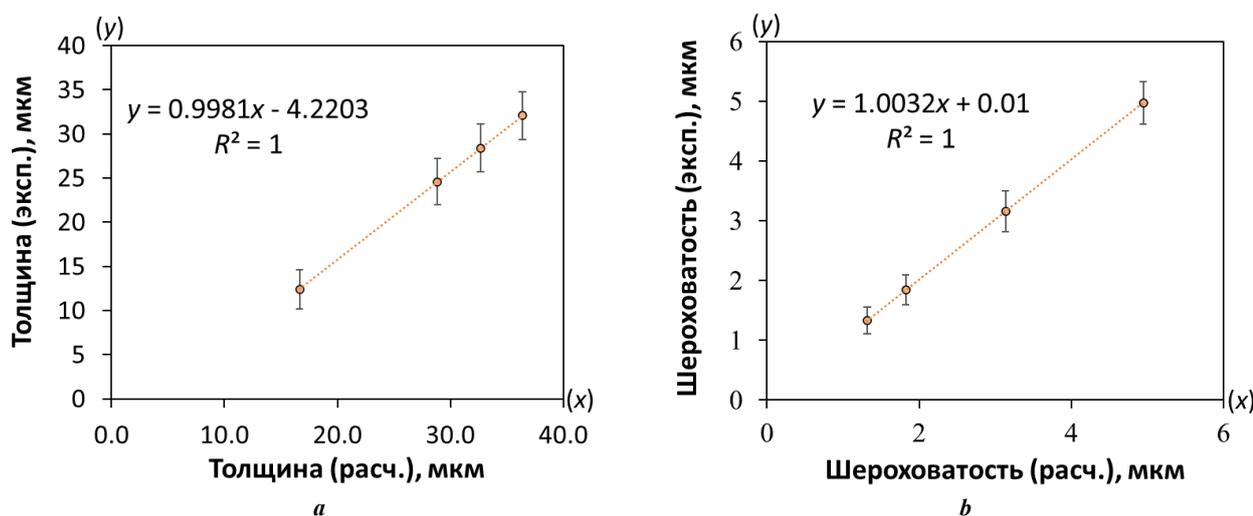


Рис. 10. График, связывающий экспериментальные и расчетные значения толщины δ (а) и шероховатости R_a (б) покрытия при участии фактора P_3

Fig. 10. A graph relating the experimental and calculated values of the thickness δ (a) and roughness R_a (b) of the coating with the participation of the P_3 factor

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты анализа трехмерных зависимостей показали, что изменение толщины и шероховатости покрытия нелинейно в диапазоне периода оксидирования $t=180-1620$ с и плотности тока $i=22-74$ А/дм². Это делает нецелесообразным использование линейно изменяющегося параметра (времени обработки, плотности тока) для установления зависимостей параметров получаемого покрытия от режимов МДО.

Одним из традиционных решений данной проблемы является использование нелинейного изменяющегося сопутствующего параметра – действующего импульсного напряжения U_d . Однако результаты исследования зависимости параметров покрытий от U_d показали недостаточную точность для определения δ и R_a (уровень погрешности 0,89 и 0,74 соответственно). Известным эффективным способом повышения достоверности устанавливаемых зависимостей является использование методики линейной регрессии. По результатам расчета регрессионных уравнений можно видеть, что достоверность аппроксимации между значениями расчетных и экспериментальных данных составила 0,90 для значений толщины покрытия и 0,81 для шероховатости.

Регистрация амплитуды АЭ в режиме мониторинга позволила повысить достоверность и точность определения значений параметров покрытий при использовании регрессионного анализа. Результаты исследования зарегистрированных сигналов АЭ в пределах установленных в работе режимов МДО показали несколько циклов увеличения и последующего снижения амплитуды. Причины изменения амплитуды могут быть объяснены механизмом протекающего процесса образования и роста оксидного покрытия в условиях, заданных режимами оксидирования. Множественное образование пузырьков на стадии OA , пока еще не связанной с процессом образования искр и микродуг на поверхности анода, приводит к когерентному сложению акустического шума от их схлопывания и, как следствие, увели-

чению амплитуды сигналов АЭ [20]. Параметр P_1 , определяемый как период AN , исключает отрицательное влияние начального периода OA , в котором электрические пробои еще не начались, на линейную зависимость, определяемую уравнением регрессии. Это объясняет повышение точности определения толщины оксидного покрытия до 0,93 и шероховатости до 0,82 при использовании в качестве дополнительного фактора параметра P_1 .

Переход в состояние пассивации, вызванный образованием плотного, но пока еще достаточно тонкого барьерного слоя, приводит к увеличению размеров и снижению числа образующихся на поверхности пузырьков из-за образования первых искровых пробоев, число и энергия которых постепенно увеличиваются по мере роста потенциала пробоя и оксидной пленки. В связи с изменением механизма генерации шума, амплитуда регистрируемых сигналов АЭ сначала несколько снижается на стадии AB , но по мере увеличения числа искровых пробоев и роста толщины оксидной пленки на стадии BC опять возрастает. Это подтверждается морфологией поверхности покрытий, полученных на различных стадиях оксидирования. На рис. 3 а, 3 д показана поверхность покрытия, полученная на стадии AB , где видны лишь множественные каналы очень малого диаметра, характеризующие начало искрения. Замена в регрессионном анализе параметра P_1 на параметр P_2 , определяемый продолжительностью периода BN , повышает точность определения толщины покрытия до 0,96 и шероховатости до 0,91.

На рис. 3 б, 3 е продемонстрирована поверхность оксидированного образца при той же плотности тока в конце стадии BC . Можно предположить, что стадия BC является переходной между искровым и микродуговым процессами оксидирования. Повышение амплитуды сигналов АЭ, очевидно, связано с ростом диаметра пор, вызванным увеличением энергии импульсов в результате искрения.

Дальнейшее увеличение толщины покрытия на стадии CN приводит вначале к уменьшению числа каналов пробоя, являющихся на данной стадии очагами микро-

дуговых разрядов, и, как следствие, к некоторому снижению амплитуды регистрируемых сигналов АЭ. Использование параметра P_3 , определяемого длительностью периода CN , повысило точность определения толщины и шероховатости до 1. Результаты исследования демонстрируют важность влияния продолжительности окисления на завершающей стадии на качество получаемого покрытия.

Разделение продолжительности окисления на периоды, характеризующие определенный механизм оксидирования, позволяет повысить достоверность связи между расчетными и экспериментальными значениями параметров покрытия.

Необходимо отметить, что предложенный подход имеет определенные ограничения. К данным ограничениям относится отсутствие параметров P_2 и P_3 для определенного соотношения времени и плотности тока оксидирования, при которых процесс оксидирования еще не выходит за пределы искровых пробоев и не переходит в микродуговой режим. Для данных режимов будут отсутствовать или стадии CN , или стадии BC и CN одновременно.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В работе предложена методика, позволяющая установить зависимость параметров оксидного покрытия, наносимого на алюминиевый сплав Д16АТ, от различных режимов МДО. Методика основана на решении уравнений линейной регрессии, полученных в результате эксперимента с двумя факторами: временем и плотностью тока оксидирования. Достоверность зависимости между экспериментальными и расчетными значениями толщины и шероховатости оксидного покрытия составила 0,89 и 0,74 соответственно.

Введение дополнительного фактора, определяемого как период времени от момента достижения минимального или максимального значения циклически изменяющейся в процессе оксидирования амплитуды сигналов АЭ до окончания оксидирования, повышает достоверность линейной аппроксимации между значениями параметров покрытий, получаемых экспериментально или расчетным путем. Использование периода времени от момента достижения максимального значения на втором цикле изменения амплитуды сигналов АЭ и до завершения процесса оксидирования позволяет максимально повысить достоверность значений параметров покрытия, получаемых расчетным путем в результате решения уравнений линейной регрессии, относительно значений, получаемых экспериментально.

Дополнение предложенной методики третьим контролируемым фактором позволяет расширить ее возможности и, с целью повышения достоверности получения заданных значений толщины или шероховатости оксидного покрытия, применить ее в режиме онлайн-мониторинга в процессе МДО.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Yerokhin A., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dowe S. Plasma electrolysis for surface engineering // *Surface and coatings technology*. 1999. Vol. 122. № 2-3. P. 73–93. DOI: [10.1016/S0257-8972\(99\)00441-7](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00441-7).
- Печерская Е.А., Голубков П.Е., Карпанин О.В., Козлов Г.В., Зинченко Т.О., Смогунов В.В. Влияние технологических параметров на свойства покрытий, синтезируемых методом микродугового оксидирования // *Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль*. 2020. № 2. С. 89–99. DOI: [10.21685/2307-5538-2020-2-11](https://doi.org/10.21685/2307-5538-2020-2-11).
- Shi M., Li H. The mathematical mode of Ti alloy micro-arc oxidation process parameters and ceramic coating and experimental study // *Journal of Yunnan University: Natural Sciences Edition*. 2015. Vol. 37. № 1. P. 102–110.
- Chen H., Hao J., Feng Z. Micro-arc oxidation mechanism and electrical discharge model // *Journal of Changan University (Natural Science Edition)*. 2008. Vol. 28. P. 116–119.
- Голубков П.Е., Печерская Е.А., Артамонов Д.В., Зинченко Т.О., Герасимова Ю.Е., Розенберг Н.В. Электрофизическая модель процесса микродугового оксидирования // *Известия высших учебных заведений. Физика*. 2019. Т. 62. № 11. С. 166–171. DOI: [10.17223/00213411/62/11/166](https://doi.org/10.17223/00213411/62/11/166).
- Дударева Н.Ю., Ахмедзянов Д.А. Трибологические параметры МДО-слоев, сформированных в силикатно-щелочном электролите на образцах из высококремниевый алюминиевый сплав АК12 // *Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета*. 2018. Т. 22. № 3. С. 10–16. EDN: [YAAWLJ](https://www.edn.ru/yaawlj/).
- Pecherskaya E.A., Golubkov P.E., Melnikov O.A., Karpanin O.V., Zinchenko T.O., Artamonov D.V. Intelligent Technology of Oxide Layer Formation by Micro-Arc Oxidation // *IEEE Transactions on Plasma Science*. 2021. Vol. 49. № 9. P. 2613–2617. DOI: [10.1109/TPS.2021.3091830](https://doi.org/10.1109/TPS.2021.3091830).
- Jayaraj R.K., Malarvizhi S., Balasubramanian V. Optimizing the micro-arc oxidation (MAO) parameters to attain coatings with minimum porosity and maximum hardness on the friction stir welded AA6061 aluminium alloy welds // *Defence technology*. 2017. Vol. 13. № 2. P. 111–117. DOI: [10.1016/j.dt.2017.03.003](https://doi.org/10.1016/j.dt.2017.03.003).
- Vakili-Azghandi M., Fattah-alhosseini A., Keshavarz M.K. Optimizing the electrolyte chemistry parameters of PEO coating on 6061 Al alloy by corrosion rate measurement: Response surface methodology // *Measurement*. 2018. Vol. 124. P. 252–259. DOI: [10.1016/j.measurement.2018.04.038](https://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.04.038).
- Yang S. On-line test method of micro-arc oxidation load impedance spectroscopy and on-line test system for realizing the method: patent № 102621391 CHN, 2012. 10 p.
- Guo Y. On-line Monitoring System of Micro-arc Oxidation Film Formation Process: patent № 111647924 CHN, 2021. 11 p.
- Голубков П.Е. Анализ применимости методов измерения толщины диэлектрических слоев при управляемом синтезе защитных покрытий методом микродугового оксидирования // *Измерение. Мониторинг. Управление. Контроль*. 2020. № 1. С. 81–92. DOI: [10.21685/2307-5538-2020-1-11](https://doi.org/10.21685/2307-5538-2020-1-11).
- Беспалова Ж.И., Паненко И.Н., Дубовсков В.В., Козаченко П.Н., Кудрявцев Ю.Д. Исследование процесса формирования оптически черных оксидно-

- керамических покрытий на поверхности алюминиевого сплава 1160 // Известия высших учебных заведений. Северо-Кавказский регион. Естественные науки. 2012. № 5. С. 63–66. EDN: [PFATGJ](#).
14. Мукаева В.Р., Горбатков М.В., Фаррахов Р.Г., Парфенов Е.В. Исследование акустических характеристик процесса плазменно-электролитического окисливания алюминия // Электротехнические и информационные комплексы и системы. 2018. Т. 14. № 3. С. 60–65. EDN: [YSAZNZ](#).
 15. Boinet M., Verdier S., Maximovitch S., Dalard F. Application of acoustic emission technique for in situ study of plasma anodizing // NDT&E International. 2004. Vol. 37. № 3. P. 213–219. DOI: [10.1016/j.ndteint.2003.09.011](#).
 16. Chen Z., Zhang L., Liu H. et al. 3D printing technique-improved phase-sensitive OTDR for breakdown discharge detection of gas-insulated switchgear // Sensors. 2020. Vol. 20. № 4. Article number 1045. DOI: [10.3390/s20041045](#).
 17. Bashkov O., Li X., Bao F., Kim V.A., Zhou C. Acoustic emission that occurs during the destruction of coatings applied by microarc oxidation on an aluminum alloy // Materials Today: Proceedings. 2019. Vol. 19-5. P. 2522–2525. DOI: [10.1016/j.matpr.2019.08.174](#).
 18. Jadhav P., Bongale A., Kumar S. The effects of processing parameters on the formation of oxide layers in aluminium alloys using plasma electrolytic oxidation technique // Journal of the Mechanical Behavior of Materials. 2021. Vol. 30. № 1. P. 118–129. DOI: [10.1515/jmbm-2021-0013](#).
 19. Cao J., Fang Z., Chen J., Chen Z., Yin W., Yang Y., Zhang W. Preparation and Properties of Micro-arc Oxide Film with Single Dense Layer on Surface of 5083 Aluminum Alloy // Journal of Chinese Society for Corrosion and Protection. 2020. Vol. 40. № 3. P. 251–258. DOI: [10.11902/1005.4537.2019.069](#).
 20. Bashkov O.V., Bao F., Li X., Bashkova T.I. Investigation of the Influence of Electrical Modes on the Morphology and Properties of Oxide Coatings on Aluminum Alloy 1163, Obtained by the Micro-arc Oxidation // Lecture notes in networks and systems. 2021. Vol. 200. P. 87–95. DOI: [10.1007/978-3-030-69421-0_10](#).
- REFERENCES**
1. Yerokhin A., Nie X., Leyland A., Matthews A., Dowe S. Plasma electrolysis for surface engineering. *Surface and coatings technology*, 1999, vol. 122, no. 2-3, pp. 73–93. DOI: [10.1016/S0257-8972\(99\)00441-7](#).
 2. Pecherskaya E.A., Golubkov P.E., Karpanin O.V., Kozlov G.V., Zinchenko T.O., Smogunov V.V. The influence of technological parameters on the properties of coatings synthesized by microarc oxidation. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol*, 2020, no. 2, pp. 89–99. DOI: [10.21685/2307-5538-2020-2-11](#).
 3. Shi M., Li H. The mathematical mode of Ti alloy micro-arc oxidation process parameters and ceramic coating and experimental study. *Journal of Yunnan University: Natural Sciences Edition*, 2015, vol. 37, no. 1, pp. 102–110.
 4. Chen H., Hao J., Feng Z. Micro-arc oxidation mechanism and electrical discharge model. *Journal of Changan University (Natural Science Edition)*, 2008, vol. 28, pp. 116–119.
 5. Golubkov P.E., Pecherskaya E.A., Artamonov D.V., Zinchenko T.O., Gerasimova Yu.E., Rozenberg N.V. Electrophysical model of micro-arc oxidation process. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Fizika*, 2019, vol. 62, no. 11, pp. 166–171. DOI: [10.17223/00213411/62/11/166](#).
 6. Dudareva N.Yu., Akhmedzyanov D.A. Tribological parameters of MAO-layers formed in silicate-alkaline electrolyte on samples of high-silicon aluminum alloy AK12. *Vestnik Ufimskogo gosudarstvennogo aviatsionnogo tekhnicheskogo universiteta*, 2018, vol. 22, no. 3, pp. 10–16. EDN: [YAAWLJ](#).
 7. Pecherskaya E.A., Golubkov P.E., Melnikov O.A., Karpanin O.V., Zinchenko T.O., Artamonov D.V. Intelligent Technology of Oxide Layer Formation by Micro-Arc Oxidation. *IEEE Transactions on Plasma Science*, 2021, vol. 49, no. 9, pp. 2613–2617. DOI: [10.1109/TPS.2021.3091830](#).
 8. Jayaraj R.K., Malarvizhi S., Balasubramanian V. Optimizing the micro-arc oxidation (MAO) parameters to attain coatings with minimum porosity and maximum hardness on the friction stir welded AA6061 aluminium alloy welds. *Defence technology*, 2017, vol. 13, no. 2, pp. 111–117. DOI: [10.1016/j.dt.2017.03.003](#).
 9. Vakili-Azghandi M., Fattah-alhosseini A., Keshavarz M.K. Optimizing the electrolyte chemistry parameters of PEO coating on 6061 Al alloy by corrosion rate measurement: Response surface methodology. *Measurement*, 2018, vol. 124, pp. 252–259. DOI: [10.1016/j.measurement.2018.04.038](#).
 10. Yang S. *On-line test method of micro-arc oxidation load impedance spectroscopy and on-line test system for realizing the method*, patent no. 102621391 CHN, 2012. 10 p.
 11. Guo Y. *On-line Monitoring System of Micro-arc Oxidation Film Formation Process*, patent no. 111647924 CHN, 2021. 11 p.
 12. Golubkov P.E. Analysis of the applicability of thickness measurement methods dielectric layers in controlled synthesis protective coatings by micro-arc method oxygenating. *Izmerenie. Monitoring. Upravlenie. Kontrol*, 2020, no. 1, pp. 81–92. DOI: [10.21685/2307-5538-2020-1-11](#).
 13. Bepalova Zh.I., Panenko I.N., Dubovskov V.V., Kozachenko P.N., Kudryavtsev Yu.D. Investigation of the formation of optical black oxide-ceramic coatings on the surface of aluminum alloy 1160. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Severo-Kavkazskiy region. Estestvennye nauki*, 2012, no. 5, pp. 63–66. EDN: [PFATGJ](#).
 14. Muкаева V.R., Gorbatkov M.V., Farrakhov R.G., Parfenov E.V. A study of the acoustic characteristics of plasma electrolytic oxidation of aluminum. *Elektrotekhnicheskie i informatsionnye komplekсы i sistemy*, 2018, vol. 14, no. 3, pp. 60–65. EDN: [YSAZNZ](#).
 15. Boinet M., Verdier S., Maximovitch S., Dalard F. Application of acoustic emission technique for in situ study of plasma anodizing. *NDT&E International*, 2004, vol. 37, no. 3, pp. 213–219. DOI: [10.1016/j.ndteint.2003.09.011](#).
 16. Chen Z., Zhang L., Liu H. et al. 3D printing technique-improved phase-sensitive OTDR for breakdown dis-

- charge detection of gas-insulated switchgear. *Sensors*, 2020, vol. 20, no. 4, article number 1045. DOI: [10.3390/s20041045](https://doi.org/10.3390/s20041045).
17. Bashkov O., Li X., Bao F., Kim V.A., Zhou C. Acoustic emission that occurs during the destruction of coatings applied by microarc oxidation on an aluminum alloy. *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 19-5, pp. 2522–2525. DOI: [10.1016/j.matpr.2019.08.174](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.08.174).
18. Jadhav P., Bongale A., Kumar S. The effects of processing parameters on the formation of oxide layers in aluminium alloys using plasma electrolytic oxidation technique. *Journal of the Mechanical Behavior of Materials*, 2021, vol. 30, no. 1, pp. 118–129. DOI: [10.1515/jmbm-2021-0013](https://doi.org/10.1515/jmbm-2021-0013).
19. Cao J., Fang Z., Chen J., Chen Z., Yin W., Yang Y., Zhang W. Preparation and Properties of Micro-arc Oxide Film with Single Dense Layer on Surface of 5083 Aluminum Alloy. *Journal of Chinese Society for Corrosion and Protection*, 2020, vol. 40, no. 3, pp. 251–258. DOI: [10.11902/1005.4537.2019.069](https://doi.org/10.11902/1005.4537.2019.069).
20. Bashkov O.V., Bao F., Li X., Bashkova T.I. Investigation of the Influence of Electrical Modes on the Morphology and Properties of Oxide Coatings on Aluminum Alloy 1163, Obtained by the Micro-arc Oxidation. *Lecture notes in networks and systems*, 2021, vol. 200, pp. 87–95. DOI: [10.1007/978-3-030-69421-0_10](https://doi.org/10.1007/978-3-030-69421-0_10).

The study of the influence of micro-arc oxidation modes on the morphology and parameters of an oxide coating on the D16AT aluminum alloy

© 2023

Fengyuan Bao^{1,3}, junior researcher, research engineer

Oleg V. Bashkov^{*1,4}, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
Head of Chair “Materials Science and Technology of Advanced Materials”

Dan Zhang^{2,5}, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
Head of “Mechanical Engineering” Laboratory

Lan Lyu^{1,2}, graduate student

Tatiana I. Bashkova^{1,6}, PhD (Engineering), Associate Professor

¹*Komsomolsk-na-Amure State University, Komsomolsk-on-Amur (Russia)*

²*Heilongjiang University of Science and Technology, Harbin (China)*

*E-mail: bashkov@knastu.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5762-7953>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3910-9797>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4150-7038>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7070-5821>

Received 06.12.2022

Accepted 19.01.2023

Abstract: An effective way to protect valve metals and their alloys is the micro-arc oxidation method (MAO), which is currently used in various industries. However, to achieve the desired characteristics and properties of oxide coatings, a large number of experiments are required to determine an optimal oxidation mode, which makes the MAO method labor-intensive and resource-consuming. One of the ways to solve this problem is the search for an informative parameter or several parameters, the use of which during the oxidation process monitoring allows identifying a relationship between the MAO modes and the specified characteristics of oxide coatings. This paper studies the influence of the specified technological MAO modes (current density, oxidation time, amplitude of acoustic emission (AE) signals recorded during MAO) on the morphology and parameters of oxide coatings (thickness δ and surface roughness R_a) deposited on the D16AT aluminum alloy clad with pure aluminum. Multivariate planning of an experiment and the performed regression analysis allowed establishing a relationship between two oxidation factors (current density and oxidation time) and the parameters of the produced coatings. The authors proposed an additional factor, which is determined in the monitoring mode during the oxidation process as the time from the moment when the maximum or minimum of the acoustic emission (AE) amplitude recorded in the MAO process is reached until the end of the oxidation process. The study established that the introduction of an additional factor allows increasing significantly the reliability of the dependence between the coating parameters obtained experimentally and by the computational method based on the regression analysis. The authors note that when performing MAO, with the additional use of the MAO process monitoring by recording the AE amplitude, it is possible to achieve a high reliability between the calculated and actual values of the parameters of oxide coatings.

Keywords: micro-arc oxidation; oxide coating; acoustic emission; multivariate analysis; surface morphology; aluminum alloy; D16AT alloy; valve group alloy.

Acknowledgements: The work was supported by the Presidential grant for government support of leading scientific schools of the Russian Federation (project NSh-452.2022.4).

For citation: Bao F., Bashkov O.V., Zhang D., Lyu L., Bashkova T.I. The study of the influence of micro-arc oxidation modes on the morphology and parameters of an oxide coating on the D16AT aluminum alloy. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 1, pp. 7–21. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-1-7-21](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-1-7-21).

Численное моделирование температурных полей при сварке трением с перемешиванием алюминиевого сплава AA5083

© 2023

Зыбин Игорь Николаевич^{*1}, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Технологии соединения и обработки материалов»

*Антохин Михаил Сергеевич*², магистрант кафедры «Технологии соединения и обработки материалов»
Калужский филиал Московского государственного технического университета имени Н.Э. Баумана,
Калуга (Россия)

*E-mail: igor.zybin@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5738-4231>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8043-1606>

Поступила в редакцию 12.12.2022

Принята к публикации 30.01.2023

Аннотация: Одним из важных параметров, обеспечивающих получение сварного соединения при сварке трением с перемешиванием без дефектов сплошности, является обеспечение в зоне соединения металлов требуемой температуры. При экспериментальном определении температуры непосредственно в зоне перемешивания металлов с помощью термопар возникают значительные трудности. В связи с этим актуальным представляется использование численных методов, описывающих распределение температурных полей при сварке трением с перемешиванием. В работе выполнено численное моделирование температурных полей при сварке трением с перемешиванием на основе метода конечных элементов с использованием программного обеспечения Abaqus/Explicit. Моделирование выполнялось на основе связанного подхода Эйлера – Лагранжа, модели пластичности материала Джонсона – Кука и закона трения Кулона. С помощью метода конечных элементов построены модели детали, подложки и инструмента с учетом их теплофизических свойств. Для сокращения времени вычислений использовался подход масштабирования массы путем пересчета плотности материала и его тепловых свойств. Были подобраны коэффициенты масштабирования теплоемкости и массы материала для выбранных параметров режима сварки. Для оценки адекватности результатов численного моделирования температурных полей при сварке трением с перемешиванием были проведены экспериментальные исследования температурных полей с использованием термопар. Показана возможность численного моделирования температурных полей при сварке трением с перемешиванием с помощью связанного подхода Эйлера – Лагранжа и программного обеспечения Abaqus/Explicit. Благодаря применению подхода, связанного с масштабированием массы материала, время вычислений сокращено более чем в 10 раз.

Ключевые слова: сварка трением с перемешиванием; AA5083; связанный подход Эйлера – Лагранжа; численное моделирование температурных полей.

Для цитирования: Зыбин И.Н., Антохин М.С. Численное моделирование температурных полей при сварке трением с перемешиванием алюминиевого сплава AA5083 // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 1. С. 23–32. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-23-32.

ВВЕДЕНИЕ

Одним из современных и прогрессивных способов получения изделий из алюминиевых сплавов является сварка трением с перемешиванием (СТП). Формирование сварного соединения осуществляется в твердой фазе без расплавления соединяемых деталей, что является достоинством данного способа по сравнению с традиционными дуговыми способами сварки. Прочность сварных соединений, получаемых СТП, как правило, составляет 90–95 % от прочности основного металла [1–3], но может достигать и прочности основного металла. Испытания на изгиб показывают, что разрушение сваренных образцов происходит по основному металлу [1].

К основным параметрам процесса, характеризующим формирование сварного соединения при СТП без дефектов, следует отнести обеспечение в зоне сварки необходимой температуры. Основное количество теплоты выделяется в результате трения инструментом свариваемых деталей. При этом количество теплоты, выделяемой при сварке, влияет на структуру шва, ширину зоны термиче-

ского влияния и качество сварного соединения. На процессы выделения теплоты существенное влияние оказывает геометрическая форма пина инструмента.

Для определения температур в зоне соединения металлов при СТП используются экспериментальные и теоретические исследования. При экспериментальных исследованиях широко применяются термопары. При этом определить температуру с помощью термопар непосредственно в зоне перемешивания металлов практически невозможно. Кроме того, такие исследования требуют значительных затрат по времени (подготовка термопар, их зачеканивание). В связи с этим широкое применение для исследования распределения температурных полей при СТП находят численные методы. Как правило, они основаны на использовании метода конечных элементов.

Модели конечных элементов, применяемых при СТП, можно разделить на три вида: термические, термомеханические без потока и термомеханические с потоком. В моделях с потоком элементы, согласно подходу Лагранжа, могут сильно искажаться, и конечные результаты могут быть неточными. Чтобы избежать

искажения сетки, используют несколько методов моделирования: адаптивное уточнение сетки модели и произвольный подход Эйлера – Лагранжа. Модели на основе потока разрабатываются с использованием программных комплексов вычислительной гидродинамики. Недостатком данного способа является невозможность учесть упрочнение материала, так как здесь рассматривается жестко-вязкопластический материал. Модели, основанные на потоке, также разрабатываются с использованием связанного подхода Эйлера – Лагранжа [4–6]. Этот метод анализа сочетает в себе два подхода: Эйлера и Лагранжа. Инструмент моделируется как жесткое изотермическое тело Лагранжа и имеет управляющую точку “reference point”, а деталь моделируется с использованием подхода Эйлера. С помощью контакта моделируется непосредственное взаимодействие инструмента и детали [6]. В работах [7; 8] подтверждена эффективность применения связанного подхода Эйлера – Лагранжа при моделировании процесса СТП. Следовательно, для получения адекватных результатов при исследовании распределения температурных полей при СТП следует использовать связанный подход Эйлера – Лагранжа. При этом следует учитывать изменение теплофизических свойств материала в зависимости от температуры [9; 10] и модель пластичности материала Джонсона – Кука, эффективность использования которой подтверждена результатами экспериментальных исследований в работе [11] при численном моделировании процесса СТП.

Исследования СТП проводятся в различных коммерческих программных обеспечениях, таких как Abaqus, DEFORM-3D, ANSYS, Forge 3, LS-DYNA. Однако термомеханические модели, построенные в DEFORM-3D и Abaqus, оказались лучше, чем модели, построенные в других программных обеспечениях, что позволило получить теоретическое распределение температурных полей, адекватное экспериментальным данным.

Важно также значительно сократить время теоретических вычислений при разработке модели, поскольку такие расчеты могут занимать до 500 ч и более в зависимости от возможностей персонального компьютера, сложности поставленной задачи и длины сварного шва. Для сокращения времени вычисления используются два подхода: масштабирование времени “Time scaling” и масштабирование массы “Mass scaling” при условии, что скорости деформации и силы инерции остаются небольшими. Масштабирование массы осуществляется путем пересчета плотности металла. Масштабирование времени выполняется путем замены времени на фиктивную величину. Однако в обоих случаях для сохранения правильного распределения и учета температуры нагрева выполняется пересчет тепловых свойств материала. Эти подходы позволяют сократить время расчета без потери точности результатов.

Цель работы – численное моделирование распределения температурных полей при СТП алюминиевого сплава AA5083, основанное на связанном подходе Эйлера – Лагранжа, обеспечивающее сокращение времени теоретических вычислений практически без потери их точности.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Моделирование распределения температурных полей при сварке алюминиевого сплава AA5083 выполнялось в программном продукте Abaqus/Explicit. Модель

была основана на связанном подходе Эйлера – Лагранжа и основывалась на явной схеме интегрирования, предназначенной для расчета нестационарной динамики, квазистатики и быстротекущих процессов. Программный продукт Abaqus/Explicit дает возможность применять закон трения Кулона, модель пластичности материала Джонсона – Кука, а также включает в себя прерывное нелинейное поведение.

Для моделирования температурных полей при СТП использовалось совместное решение задач прочности и гидрогазодинамики – связанный подход Эйлера – Лагранжа в трехмерной постановке [12; 13]. Этот метод позволяет выполнять моделирование задач гидрогазодинамики на сетках Эйлера и задач динамической прочности на сетке Лагранжа в рамках одного пространственного решения.

Модель включала в себя деталь, подложку и инструмент. При этом материал детали и подложки моделировался в рамках подхода Эйлера, а материал инструмента – в рамках подхода Лагранжа [14]. Особенность такого моделирования заключалась в том, что генерация конечно-элементной сетки на детали и подложке выполнялась только на области, построенной в рамках подхода Эйлера.

Узлы сетки Лагранжа связаны с материалом. Элементы сетки модели и границы этих элементов сетки, совпадающие с границами материала, деформируются при воздействии на них усилия. Сами элементы сетки Лагранжа заполнены материалом. Конечно-элементные модели детали, подложки и инструмента с подложкой строились с использованием элементов EC3D8RT и C3D8RT соответственно, которые представляют собой объемные трехмерные восьмиузловые элементы. В узлах элементов моделей были доступны четыре степени свободы: перемещения по трем взаимно перпендикулярным осям и температурная степень свободы.

Контакт между элементами модели учитывал закон трения Кулона, при котором сила трения скольжения пропорциональна нормальной силе, действующей между телами. Коэффициент трения скольжения для пары «металл – металл» обычно находится в диапазоне 0,15–0,3. Его значение при численном моделировании, как правило, принимают постоянным [15]. В работе для моделирования распределения температурных полей коэффициент трения скольжения был выбран 0,15.

Моделирование распределения температурных полей выполнялось для основного металла в виде листа из сплава AA5083 толщиной 5 мм. Материалом подложки служил стальной лист марки AISI 1020 толщиной 10 мм. Режим сварки выбирался с учетом обеспечения отсутствия дефектов сплошности в зоне сварки: частота вращения инструмента – 560 об/мин, скорость сварки (продольная подача инструмента) – 40 мм/мин. Угол наклона инструмента к вертикали составлял 2°. Глубина внедрения заплечика инструмента в деталь – 0,1 мм. Геометрические размеры инструмента представлены на рис. 1.

На рис. 2 показаны модели детали с подложкой и инструмента, построенные с помощью метода конечных элементов. Модель детали с подложкой включала 6000 элементов, а модель инструмента – 2741 элемент.

С целью учета пластического деформирования элементов модели использовалась эмпирическая модель пластичности Джонсона – Кука, которая учитывала кинематическое упрочнение, эффекты изотропного

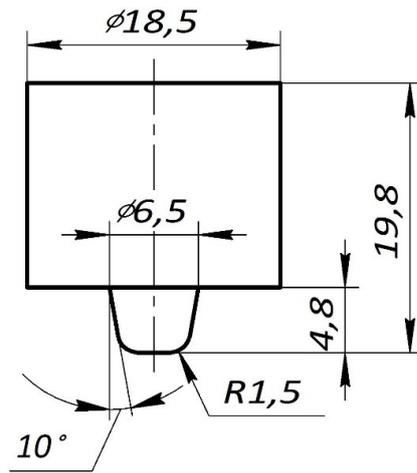


Рис. 1. Размеры инструмента для СТП
Fig. 1. FSW tool dimensions

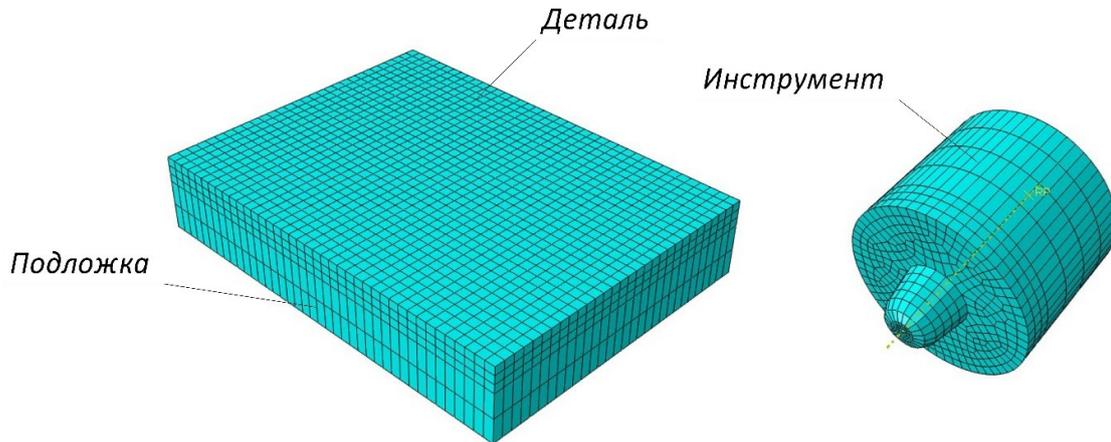


Рис. 2. Модели детали, подложки и инструмента
Fig. 2. Finite element models of the part, substrate, and tool

упрочнения, адиабатический разогрев деформируемого металла и изменение температуры. В данной модели предел текучести определялся следующей формулой [16; 17]:

$$\sigma_y = \left[A + B \cdot \varepsilon_p^n \right] \cdot \left[1 + C \cdot \ln \left(\frac{\varepsilon_p^n}{\varepsilon_0} \right) \right] \cdot \left[1 - \left(\frac{T - T_r}{T_m - T_r} \right)^m \right], \quad (1)$$

где σ_y – предел текучести;

ε_p^n – эффективная пластическая деформация;

T_m – температура плавления;

T_r – комнатная температура;

T – температура материала;

$A, B, C, n, m, \varepsilon_0$ – параметры модели.

Параметры модели (1) представлены в таблице 1.

В настоящей работе с целью сокращения времени вычислений выбран подход, связанный с масштабированием массы металла.

Расчет плотности металла выполнялся по формуле

$$\rho^* = k_m \cdot \rho, \quad (2)$$

где ρ^* – фиктивная плотность;

k_m – коэффициент масштабирования, определяющий, во сколько примерно раз будет сокращено время расчета ($k_m > 1$);

ρ – плотность материала.

Коэффициент масштабирования k_m выбирается таким образом, чтобы силы инерции в правой части уравнения (2) оставались незначительными.

Значение коэффициента масштабирования было выбрано равным $k_m = 400$. При решении поставленной задачи использовалось уравнение термоупругости Навье:

$$\mu \cdot \nabla^2 \cdot u + (\lambda + \mu) \cdot \nabla \cdot \text{tr}(E) - \alpha \cdot \lambda \cdot \nabla \cdot T = \rho \cdot \frac{\partial u}{\partial t^2}, \quad (3)$$

где E – линейный тензор деформации;
 μ и λ – коэффициенты Ламе;
 T – температура;
 α – коэффициент термического расширения;
 u – вектор смещения;
 ρ – плотность;
 t – время;
 ∇ – оператор набла;
 tr – след матрицы E .

При замене плотности фиктивной изменяются тепловые постоянные. Влияние этого эффекта компенсировалось путем пересчета теплоемкости материала по формуле

$$c_e^* = c_e \cdot k_n^{-1}, \quad (4)$$

где c_e^* – фиктивная теплоемкость;
 k_n – коэффициент масштабирования теплоемкости;
 c_e – теплоемкость материала.

Поскольку значение правой части уравнения (3) увеличилось, минимальный стабильный прирост времени явного решателя увеличивается.

Коэффициент масштабирования теплоемкости k_n подбирался с целью сокращения времени вычисления, обеспечивая при этом точность, сопоставимую при моделировании распределения температурных полей без масштабирования массы металла. Коэффициент масштабирования теплоемкости k_n принимался равным коэффициенту масштабирования массы $k_m=400$.

Для проверки адекватности результатов численного моделирования был проведен эксперимент по стыковой сварке двух деталей толщиной 5 мм из алюминиевого сплава AA5083. Сварка выполнялась на вертикально-фрезерном станке модели FSS400R инструментом, геометрические размеры которого представлены на рис. 1. Инструмент был выполнен из инструментальной штамповой стали H13. Твердость инструмента составляла 53...57 HRC после проведения закалки в масле и последующего отпуска. Для исследования температурных полей использовались модульная система сбора данных

LTR с многоканальным регистратором-самописцем LGraph2 и термопары К-типа (хромель-алюмель).

Схема расположения термопар представлена на рис. 3. С целью повышения точности результатов получения распределения температурных полей были подготовлены две группы термопар.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Распределение температуры на поверхности соединяемых деталей при численном моделировании процесса СТП без масштабирования массы и с масштабированием ($k_m=k_n=400$) представлено на рис. 4.

Из рис. 4 видно, что при выбранных коэффициентах масштабирования распределение температурных полей существенно отличается. Следовательно, необходимо было выполнить корректировку коэффициента масштабирования k_n . На основании сравнительного анализа полученных температурных полей без масштабирования и с масштабированием коэффициент масштабирования теплоемкости был принят равным 257. После этого повторно выполнялось моделирование процесса распределения температурных полей. На рис. 5 представлено распределение температуры на поверхности соединяемых деталей при численном моделировании процесса СТП без масштабирования массы и с масштабированием ($k_m=400$; $k_n=257$). Максимальная температура в зоне сварки, согласно результатам моделирования, составила 584 °С.

На рис. 6 показано расположение термопар перед сваркой (рис. 6 а) и после сварки (рис. 6 б) деталей при проведении экспериментальных исследований при получении стыкового сварного соединения.

Результаты проведенных экспериментальных исследований представлены на рис. 7.

На рис. 8 представлены экспериментальные данные и данные, полученные с помощью компьютерного моделирования, для рассматриваемых точек установки термопар 1 и 2.

Таблица 1. Значения параметров модели пластичности Джонсона – Кука для материалов AA5083 и AISI 1020 [18]
Table 1. The values of the parameters of the Johnson – Cook plasticity model for the AA5083 and AISI 1020 materials [18]

Параметр	Материал	
	AA5083	AISI 1020
A	137,89	187,60
B	216,73	199,10
n	0,4845	0,1717
m	1,2250	0,4437
T_m	659,85	1460,00
T_r	25	25

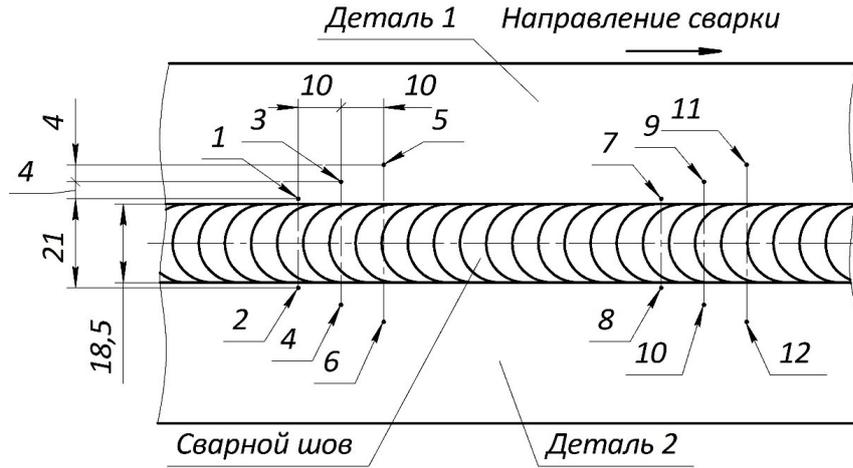


Рис. 3. Схема расположения термопар: 1–12 – места установки термопар
 Fig. 3. A thermocouple layout: 1–12 – thermocouples installation locations

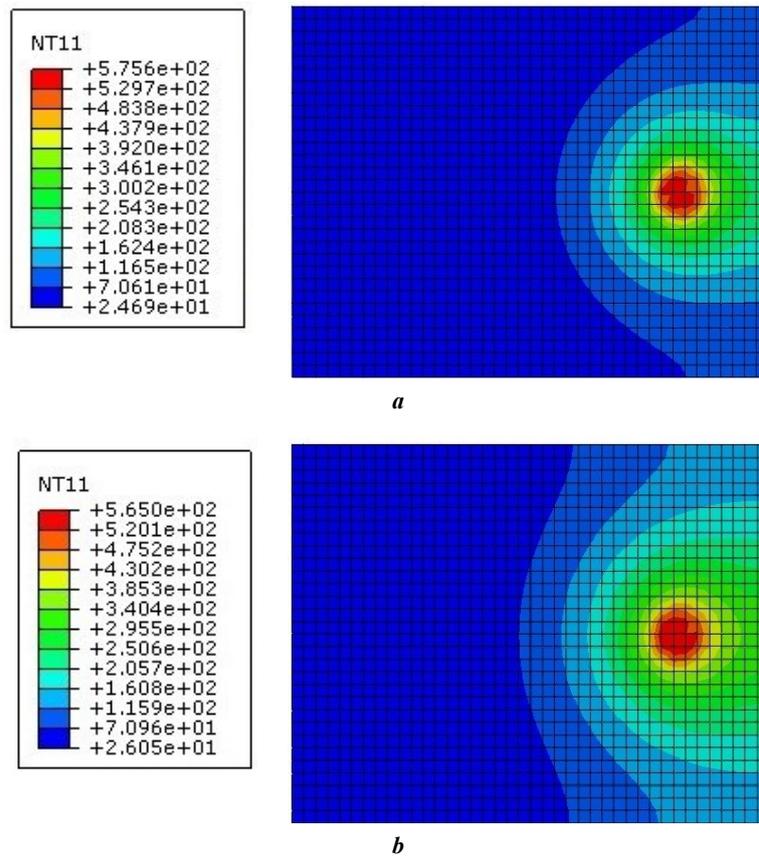


Рис. 4. Распределение температурных полей на поверхности свариваемых деталей при моделировании процесса СТП:
 а – модель без применения масштабирования массы;
 б – модель с применением масштабирования массы ($k_m=k_n=400$)
 Fig. 4. Temperature fields distribution on the surface of welded parts when modeling the FSW process:
 a – a model without mass scaling; b – a model with mass scaling ($k_m=k_n=400$)

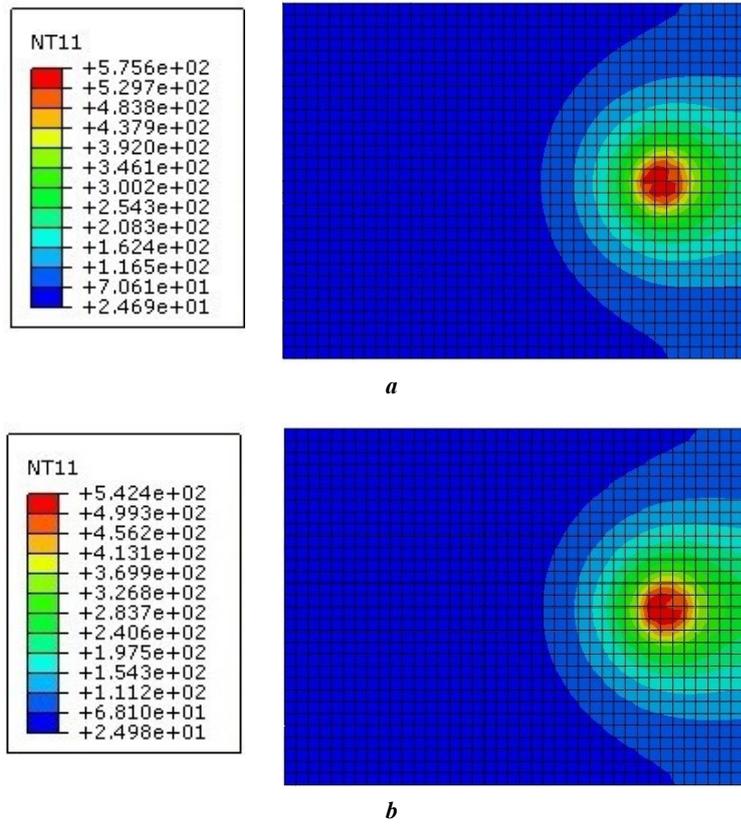


Рис. 5. Распределение температурных полей на поверхности свариваемых деталей при моделировании процесса СТП:

a – модель без применения масштабирования массы;

b – модель с применением масштабирования массы ($k_m=400$; $k_n=257$)

Fig. 5. Temperature fields distribution on the surface of welded parts when modeling the FSW process:

a – a model without mass scaling; *b* – a model with mass scaling ($k_m=400$; $k_n=257$)

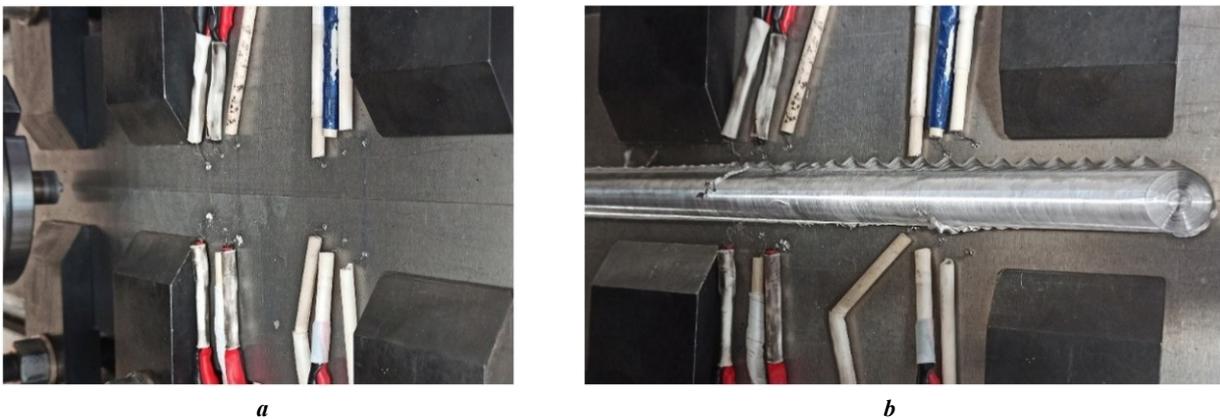


Рис. 6. Расположение термопар перед (a) и после (b) сварки деталей

Fig. 6. The location of thermocouples before (a) and after (b) welding of parts

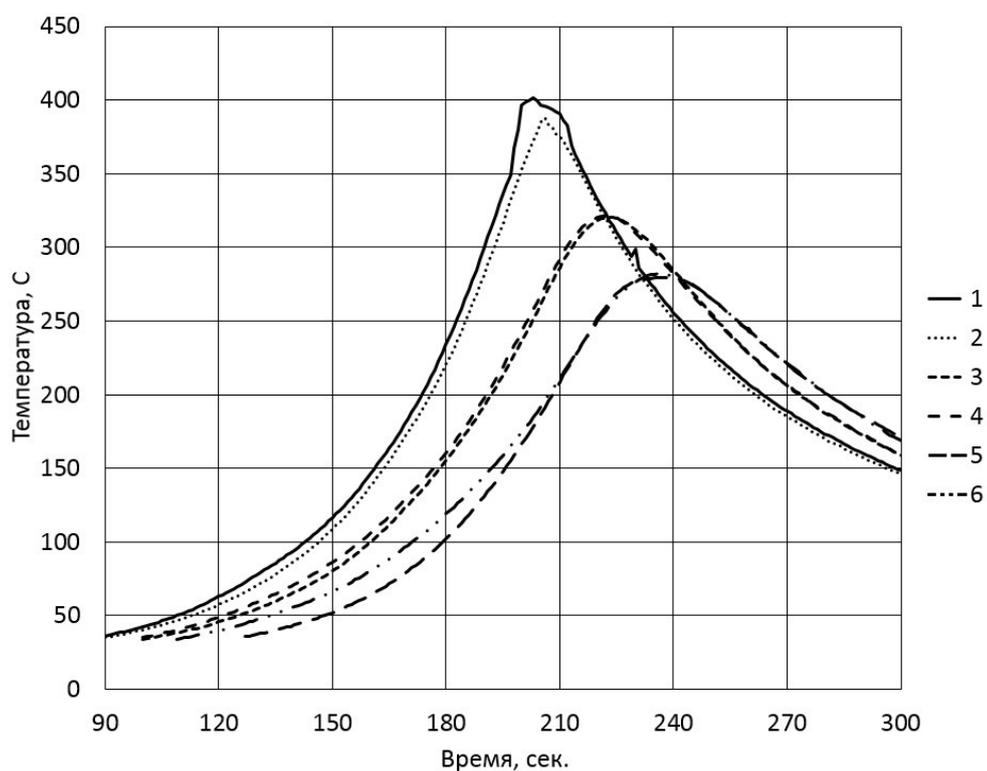


Рис. 7. Распределение температурных полей при СТП: 1–6 – номера термопар
Fig. 7. The distribution of temperature fields during friction stir welding: 1–6 – the numbers of thermocouples

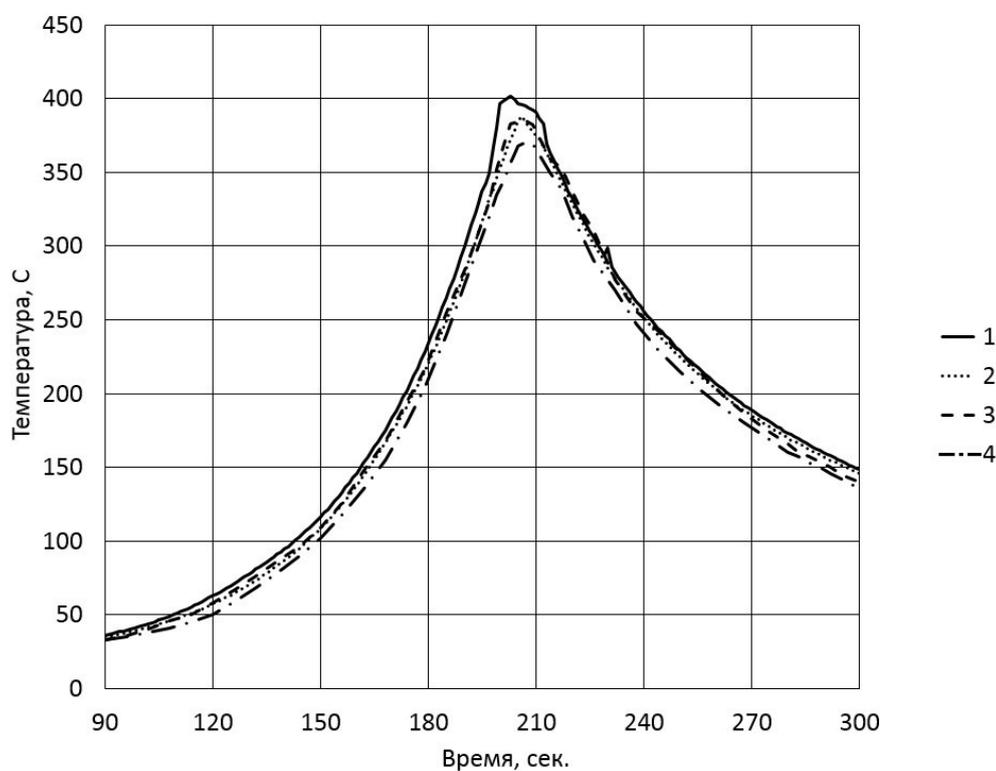


Рис. 8. Распределение температурных полей при СТП, полученных с помощью компьютерного моделирования и экспериментальным путем:
 1–2 – термопары (эксперимент); 3–4 – термопары (моделирование)
Fig. 8. The distribution of temperature fields during friction stir welding obtained by computer modeling and experimentally:
 1–2 – thermocouples (an experiment); 3–4 – thermocouples (modeling)

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ полученного распределения температурных полей, представленных на рис. 5, показал незначительное отличие этого распределения при применении масштабирования массы и без масштабирования. При выбранных коэффициентах масштабирования распределение изотерм отличается не более чем на 6 %. При этом время расчета было сокращено с 600–700 ч (ориентировочное значение) до 60 ч.

Значения максимальных температур в зоне сварки, полученных в данной работе в результате численного моделирования (584 °С), хорошо согласуются с данными ряда работ, где выполнялось моделирование процесса СТП. В частности, в работе [19] при численном моделировании температурных полей при получении СТП стыкового соединения максимальная температура в зоне сварки составляла 585 °С. При получении тавровых сварных соединений в результате численного моделирования процесса СТП на основе связанного подхода Эйлера – Лагранжа в работе [20] максимальная температура в зоне сварки составила 575 °С.

На периферии контакта инструмента с деталью при сварке (термопары 1 и 2, рис. 7) максимальная температура на поверхности детали со стороны зоны отставания инструмента выше, чем со стороны зоны набегающего инструмента. Это объясняется тем, что впереди инструмента со стороны зоны набегающего возникает зона избыточного давления. Из этой зоны рабочая поверхность инструмента вытесняет металл, который находится в пластическом состоянии и препятствует движению инструмента в зону позади инструмента за счет его поступательно-вращательного движения, т. е. в зону отставания.

Анализ полученных результатов экспериментальных исследований показал, что на периферии контакта инструмента с деталью при сварке (термопары 1 и 2) максимальная температура достигает 401,6 °С, а температура на поверхности детали со стороны зоны отставания инструмента приблизительно на 14 °С больше, чем со стороны зоны набегающего инструмента. Это связано с разными условиями перемешивания металла в зонах набегающего и отставания инструмента. С увеличением расстояния от зоны сварки в направлении, перпендикулярном сварному шву, эти изменения температур со стороны зоны отставания и набегающего инструмента нивелируются.

Значения максимальных температур, достигаемых в процессе сварки в рассматриваемых точках установки термопар, полученных экспериментальным путем и с помощью численного моделирования, отличаются не более чем на 5 %. При этом кривые, описывающие характер изменения температуры от времени, полученные экспериментально и теоретически, имеют схожий характер. Это свидетельствует о возможности использования численного моделирования для оценки распределения температур в зоне сварки.

Полученные результаты распределения температурных полей на периферии контакта инструмента с деталью удовлетворительно согласуются с имеющимися в литературе теоретическими данными, а также данными, полученными экспериментальным путем в настоящей работе при стыковой сварке деталей из алюминиевого сплава AA5083.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Выполнено численное моделирование распределения температурных полей при СТП с применением термомеханической модели (программное обеспечение Abaqus), с учетом связанного подхода Эйлера – Лагранжа, модели пластичности материала Джонсона – Кука и закона трения Кулона. Результаты численного моделирования подтверждены проведенными экспериментальными исследованиями распределения температурных полей при получении стыкового сварного соединения из алюминиевого сплава AA5083 толщиной 5 мм. Разница между теоретическим и экспериментальными результатами не превышает 5 %.

Применение подхода, основанного на масштабировании массы материала, при численном моделировании температурных полей путем пересчета плотности и тепловых свойств металла позволяет более чем на порядок сократить время, затрачиваемое на теоретические расчеты.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Ищенко А.Я., Подбельников С.В., Покляцкий А.Г. Сварка трением с перемешиванием алюминиевых сплавов (обзор) // Автоматическая сварка. 2007. № 11. С. 32–38.
- Arbegast W.J. Friction stir welding after a decade of development // Welding Journal. 2006. Vol. 85. № 3. P. 28–35.
- Okamura H., Aota K., Ezumi M. Friction stir welding of aluminum alloy and application to structure // Journal of Japan Institute of Light Metals. 2000. Vol. 50. № 4. P. 166–172. DOI: [10.2464/jilm.50.166](https://doi.org/10.2464/jilm.50.166).
- Salloomi K.N., Hussein F.I., Al-Sumaidae S.N.M. Temperature and stress evaluation during three different phases of friction stir welding of AA 7075-T651 alloy // Modelling and Simulation in Engineering. 2020. Vol. 2020. P. 1–11. DOI: [10.1155/2020/3197813](https://doi.org/10.1155/2020/3197813).
- Ragab M., Liu H., Yang G.-J., Ahmed M.M.Z. Friction Stir Welding of 1Cr1Ni2W2MoV Martensitic Stainless Steel: Numerical Simulation Based on Coupled Eulerian Lagrangian Approach Supported with Experimental Work // Applied Science. 2021. Vol. 11. № 7. P. 1–6. DOI: [10.3390/app11073049](https://doi.org/10.3390/app11073049).
- Chauhan P., Jain R., Pal S.K., Singh S.B. Modeling of defects in friction stir welding using coupled Eulerian and Lagrangian method // Journal of Manufacturing Processes. 2018. Vol. 34-A. P. 158–166. DOI: [10.1016/j.jmapro.2018.05.022](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.05.022).
- Meyghani B., Awang M.B., Emamian S.S., Mohd Nor M.K.B., Pedapati S.R. A Comparison of Different Finite Element Methods in the Thermal Analysis of Friction Stir Welding (FSW) // Metals. 2017. Vol. 7. № 10. Article number 450. DOI: [10.3390/met7100450](https://doi.org/10.3390/met7100450).
- Andrade D.G., Leitão C., Dialami N., Chiumenti M., Rodrigues D.M. Modelling torque and temperature in friction stir welding of aluminium alloys // International Journal of Mechanical Sciences. 2020. Vol. 182. Article number 105725. DOI: [10.1016/j.ijmecsci.2020.105725](https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2020.105725).
- El-Sayed M.M., Shash A.Y., Mahmoud T.S., Rabbou M.A. Effect of friction stir welding parameters on the peak temperature and the mechanical properties of aluminum

- alloy 5083-O // *Advanced Structured Materials*. 2018. Vol. 72. P. 11–25. DOI: [10.1007/978-3-319-59590-0_2](https://doi.org/10.1007/978-3-319-59590-0_2).
10. El-Sayed M.M., Shash A.Y., Abd-Rabou M. Finite element modeling of aluminum alloy AA5083-O friction stir welding process // *Journal of Materials Processing Technology*. 2018. Vol. 252. P. 13–24. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2017.09.008](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.09.008).
 11. Patil S., Tay Y.Y., Baratzadeh F., Lankarani H. Modeling of friction-stir butt-welds and its application in automotive bumper impact performance. Part 1. Thermo-mechanical weld process modeling // *Journal of Mechanical Science and Technology*. 2018. Vol. 32. № 6. P. 2569–2575. DOI: [10.1007/s12206-018-0514-0](https://doi.org/10.1007/s12206-018-0514-0).
 12. Lia K., Jarrara F., Sheikh-Ahmada J., Ozturkb F. Using coupled Eulerian Lagrangian formulation for accurate modeling of the friction stir welding process // *Procedia Engineering*. 2017. Vol. 207. P. 574–579. DOI: [10.1016/j.proeng.2017.10.1023](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.1023).
 13. Mohammad A.A., Avik S., Reza A.B., Hongtao D. An efficient coupled Eulerian-Lagrangian finite element model for friction stir processing // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2019. Vol. 101. P. 1495–1508. DOI: [10.1007/s00170-018-3000-z](https://doi.org/10.1007/s00170-018-3000-z).
 14. Malik V., Sanjeev N.K., Suresh H.S., Kailas S.V. Investigations on the effect of various tool pin profiles in friction stir welding using finite element simulations // *Procedia Engineering*. 2014. Vol. 97. P. 1060–1068. DOI: [10.1016/j.proeng.2014.12.384](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.12.384).
 15. Ranjole C., Singh V.P., Kuriachen B., Vineesh K.P. Numerical prediction and experimental investigation of temperature, residual stress and mechanical properties of dissimilar friction-stir welded AA5083 and AZ31 alloys // *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2022. Vol. 47. P. 16103–16115. DOI: [10.1007/s13369-022-06808-3](https://doi.org/10.1007/s13369-022-06808-3).
 16. Garcia-Castillo F.A., Reyes L.A., Garza C., Lopez-Botello O.E., Hernandez-Munoz G.M., Zambrano-Robledo P. Investigation of microstructure, mechanical properties, and numerical modeling of Ti6Al4V joints produced by friction stir spot welding // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2020. Vol. 29. № 6. P. 4105–4116. DOI: [10.1007/s11665-020-04900-z](https://doi.org/10.1007/s11665-020-04900-z).
 17. Salloomi K.N. Fully coupled thermomechanical simulation of friction stir welding of aluminum 6061-T6 alloy T-joint // *Journal of Manufacturing Processes*. 2019. Vol. 45. P. 746–754. DOI: [10.1016/j.jmapro.2019.06.030](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.06.030).
 18. Kamal M., Shah M., Ahmad N., Wani O.I., Sahari J. Study of crashworthiness behavior of thin-walled tube under axial loading by using computational mechanics // *International Journal of Materials and Metallurgical Engineering*. 2016. Vol. 10. № 8. P. 1170–1175. DOI: [10.5281/zenodo.1130389](https://doi.org/10.5281/zenodo.1130389).
 19. Chao Y.J., Liu S., Chien C.H. Friction stir welding of AL 6061-T6 thick plates: Part II. Numerical modeling of the thermal and heat transfer phenomena // *Journal of the Chinese Institute of Engineers*. 2008. Vol. 31. № 5. P. 769–779. DOI: [10.1080/02533839.2008.9671431](https://doi.org/10.1080/02533839.2008.9671431).
 20. Wang C., Deng J., Dong C., Zhao Y. Numerical Simulation and Experimental Studies on Stationary Shoulder Friction Stir Welding of Aluminum Alloy T-joint // *Frontiers in Materials*. 2022. Vol. 9. P. 1–8. DOI: [10.3389/fmats.2022.898929](https://doi.org/10.3389/fmats.2022.898929).
- ## REFERENCES
1. Ishchenko A.Ya., Podelnikov S.V., Poklyatskiy A.G. Friction stir welding of aluminium alloys (Review). *Avtomaticheskaya svarka*, 2007, no. 11, pp. 32–38.
 2. Arbegast W.J. Friction stir welding after a decade of development. *Welding Journal*, 2006, vol. 85, no. 3, pp. 28–35.
 3. Okamura H., Aota K., Ezumi M. Friction stir welding of aluminum alloy and application to structure. *Journal of Japan Institute of Light Metals*, 2000, vol. 50, no. 4, pp. 166–172. DOI: [10.2464/jilm.50.166](https://doi.org/10.2464/jilm.50.166).
 4. Salloomi K.N., Hussein F.I., Al-Sumaidae S.N.M. Temperature and stress evaluation during three different phases of friction stir welding of AA 7075-T651 alloy. *Modelling and Simulation in Engineering*, 2020, vol. 2020, pp. 1–11. DOI: [10.1155/2020/3197813](https://doi.org/10.1155/2020/3197813).
 5. Ragab M., Liu H., Yang G.-J., Ahmed M.M.Z. Friction Stir Welding of 1Cr11Ni2W2MoV Martensitic Stainless Steel: Numerical Simulation Based on Coupled Eulerian Lagrangian Approach Supported with Experimental Work. *Applied Science*, 2021, vol. 11, no. 7, pp. 1–6. DOI: [10.3390/app11073049](https://doi.org/10.3390/app11073049).
 6. Chauhan P., Jain R., Pal S.K., Singh S.B. Modeling of defects in friction stir welding using coupled Eulerian and Lagrangian method. *Journal of Manufacturing Processes*, 2018, vol. 34-A, pp. 158–166. DOI: [10.1016/j.jmapro.2018.05.022](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.05.022).
 7. Meyghani B., Awang M.B., Emamian S.S., Mohd Nor M.K.B., Pedapati S.R. A Comparison of Different Finite Element Methods in the Thermal Analysis of Friction Stir Welding (FSW). *Metals*, 2017, vol. 7, no. 10, article number 450. DOI: [10.3390/met7100450](https://doi.org/10.3390/met7100450).
 8. Andrade D.G., Leitão C., Dialami N., Chiumenti M., Rodrigues D.M. Modelling torque and temperature in friction stir welding of aluminium alloys. *International Journal of Mechanical Sciences*, 2020, vol. 182, article number 105725. DOI: [10.1016/j.ijmecsci.2020.105725](https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2020.105725).
 9. El-Sayed M.M., Shash A.Y., Mahmoud T.S., Rabbou M.A. Effect of friction stir welding parameters on the peak temperature and the mechanical properties of aluminum alloy 5083-O. *Advanced Structured Materials*, 2018, vol. 72, pp. 11–25. DOI: [10.1007/978-3-319-59590-0_2](https://doi.org/10.1007/978-3-319-59590-0_2).
 10. El-Sayed M.M., Shash A.Y., Abd-Rabou M. Finite element modeling of aluminum alloy AA5083-O friction stir welding process. *Journal of Materials Processing Technology*, 2018, vol. 252, pp. 13–24. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2017.09.008](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2017.09.008).
 11. Patil S., Tay Y.Y., Baratzadeh F., Lankarani H. Modeling of friction-stir butt-welds and its application in automotive bumper impact performance. Part 1. Thermo-mechanical weld process modeling. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 2018, vol. 32, no. 6, pp. 2569–2575. DOI: [10.1007/s12206-018-0514-0](https://doi.org/10.1007/s12206-018-0514-0).
 12. Lia K., Jarrara F., Sheikh-Ahmada J., Ozturkb F. Using coupled Eulerian Lagrangian formulation for accurate modeling of the friction stir welding process. *Procedia Engineering*, 2017, vol. 207, pp. 574–579. DOI: [10.1016/j.proeng.2017.10.1023](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.10.1023).
 13. Mohammad A.A., Avik S., Reza A.B., Hongtao D. An efficient coupled Eulerian-Lagrangian finite element model for friction stir processing. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019,

- vol. 101, pp. 1495–1508. DOI: [10.1007/s00170-018-3000-z](https://doi.org/10.1007/s00170-018-3000-z).
14. Malik V., Sanjeev N.K., Suresh H.S., Kailas S.V. Investigations on the effect of various tool pin profiles in friction stir welding using finite element simulations. *Procedia Engineering*, 2014, vol. 97, pp. 1060–1068. DOI: [10.1016/j.proeng.2014.12.384](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.12.384).
 15. Ranjole C., Singh V.P., Kuriachen B., Vineesh K.P. Numerical prediction and experimental investigation of temperature, residual stress and mechanical properties of dissimilar friction-stir welded AA5083 and AZ31 alloys. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 2022, vol. 47, pp. 16103–16115. DOI: [10.1007/s13369-022-06808-3](https://doi.org/10.1007/s13369-022-06808-3).
 16. Garcia-Castillo F.A., Reyes L.A., Garza C., Lopez-Botello O.E., Hernandez-Munoz G.M., Zambrano-Robledo P. Investigation of microstructure, mechanical properties, and numerical modeling of Ti6Al4V joints produced by friction stir spot welding. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2020, vol. 29, no. 6, pp. 4105–4116. DOI: [10.1007/s11665-020-04900-z](https://doi.org/10.1007/s11665-020-04900-z).
 17. Salloomi K.N. Fully coupled thermomechanical simulation of friction stir welding of aluminum 6061-T6 alloy T-joint. *Journal of Manufacturing Processes*, 2019, vol. 45, pp. 746–754. DOI: [10.1016/j.jmapro.2019.06.030](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.06.030).
 18. Kamal M., Shah M., Ahmad N., Wani O.I., Sahari J. Study of crashworthiness behavior of thin-walled tube under axial loading by using computational mechanics. *International Journal of Materials and Metallurgical Engineering*, 2016, vol. 10, no. 8, pp. 1170–1175. DOI: [10.5281/zenodo.1130389](https://doi.org/10.5281/zenodo.1130389).
 19. Chao Y.J., Liu S., Chien C.H. Friction stir welding of AL 6061-T6 thick plates: Part II. Numerical modeling of the thermal and heat transfer phenomena. *Journal of the Chinese Institute of Engineers*, 2008, vol. 31, no. 5, pp. 769–779. DOI: [10.1080/02533839.2008.9671431](https://doi.org/10.1080/02533839.2008.9671431).
 20. Wang C., Deng J., Dong C., Zhao Y. Numerical Simulation and Experimental Studies on Stationary Shoulder Friction Stir Welding of Aluminum Alloy T-joint. *Frontiers in Materials*, 2022, vol. 9, pp. 1–8. DOI: [10.3389/fmats.2022.898929](https://doi.org/10.3389/fmats.2022.898929).

Numerical modeling of temperature fields during friction stir welding of the AA5083 aluminum alloy

© 2023

Igor N. Zybin^{*1}, PhD (Engineering), Associate Professor,

assistant professor of Chair “Material Bonding and Processing Technology”

Mikhail S. Antokhin², graduate student of Chair “Material Bonding and Processing Technology”

Kaluga Branch of Bauman Moscow State Technical University, Kaluga (Russia)

*E-mail: igor.zybin@mail.ru¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5738-4231>²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8043-1606>

Received 12.12.2022

Accepted 30.01.2023

Abstract: One of the important parameters ensuring the production of a welded joint without continuity defects during friction stir welding is the provision of the required temperature in the metal bonding zone. Significant difficulties arise when determining experimentally the temperature directly in the stir zone of metals using thermocouples. In this regard, the application of numerical methods describing the distribution of temperature fields during friction stir welding is relevant. In the work, numerical modeling of temperature fields during friction stir welding was used, which was based on the finite element method using Abaqus/Explicit software. Modeling was carried out taking into account the coupled Euler – Lagrange approach, the Johnson – Cook plasticity model, and the Coulomb friction law. Using the finite element method, the models of a part, substrate, and tool were constructed taking into account their thermophysical properties. To reduce the computation time, an approach based on the metal mass scaling by recalculating the density of the metal and its thermal properties was used. The authors matched coefficients of scaling of the material mass and heat capacity for the selected welding mode parameters. To evaluate the validity of the results of numerical modeling of temperature fields during friction stir welding, the experimental research of the temperature fields using thermocouples was carried out. The paper shows the possibility of numerical modeling of temperature fields during friction stir welding with the help of the coupled Euler – Lagrange approach and Abaqus/Explicit software. Due to the application of the approach associated with material mass scaling, the calculation time is reduced by more than 10 times.

Keywords: friction stir welding; AA5083; coupled Euler – Lagrange approach; numerical modeling of temperature fields.

For citation: Zybin I.N., Antokhin M.S. Numerical modeling of temperature fields during friction stir welding of the AA5083 aluminum alloy. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 1, pp. 23–32. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-23-32.

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

Макатров 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., Макатров 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 формирования 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.

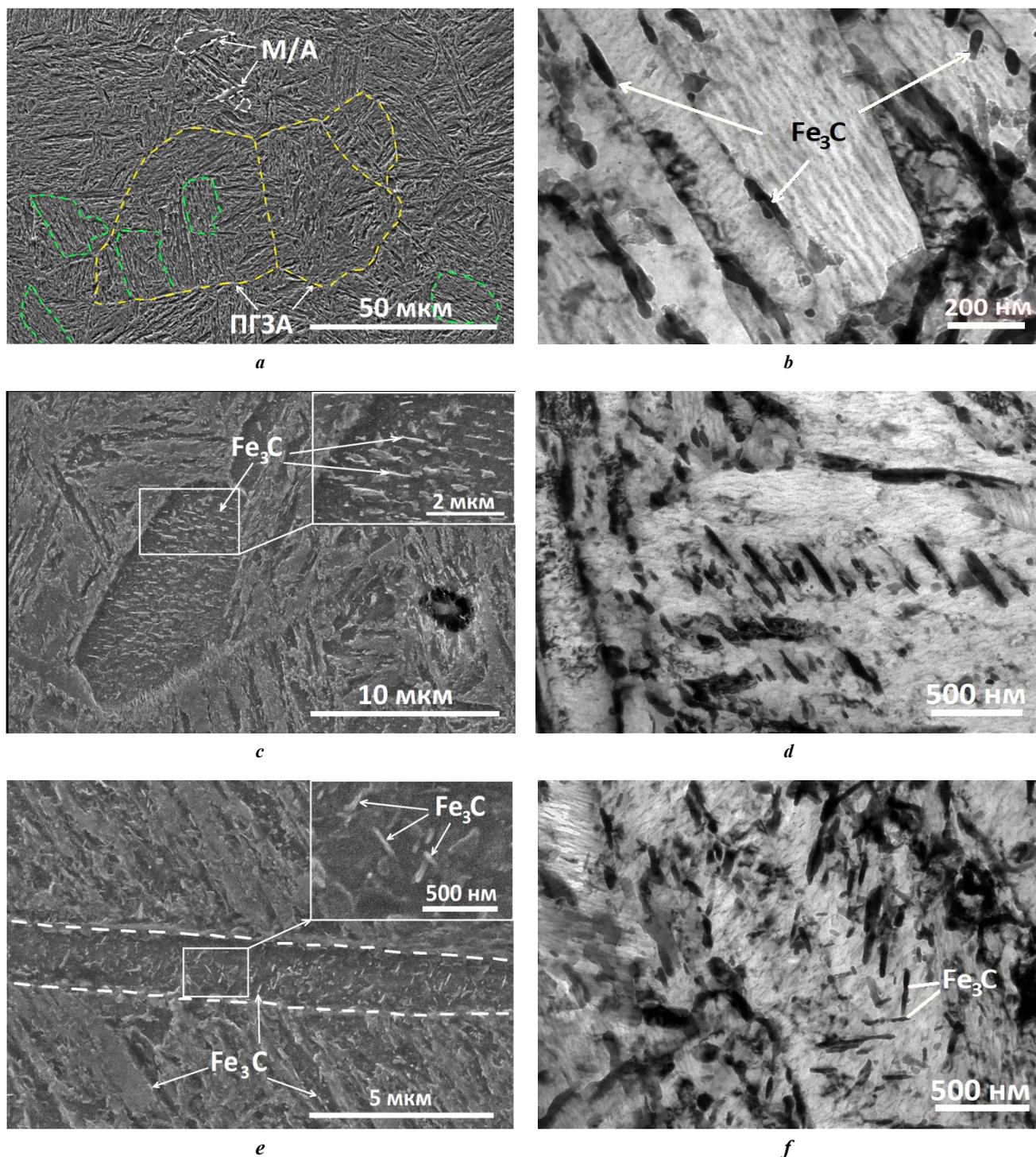


Рис. 1. Изображения микроструктуры муфты ЭК (до эксплуатации):
a – общий вид микроструктуры; *b* – пластины верхнего бейнита;
c, d – пластины нижнего бейнита; *e, f* – мартенситные пластины отпуска.
M/A – мартенситно-аустенитные участки; *ПГЗА* – первоначальные границы зерен аустенита.
a, c, e – РЭМ-изображения; *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

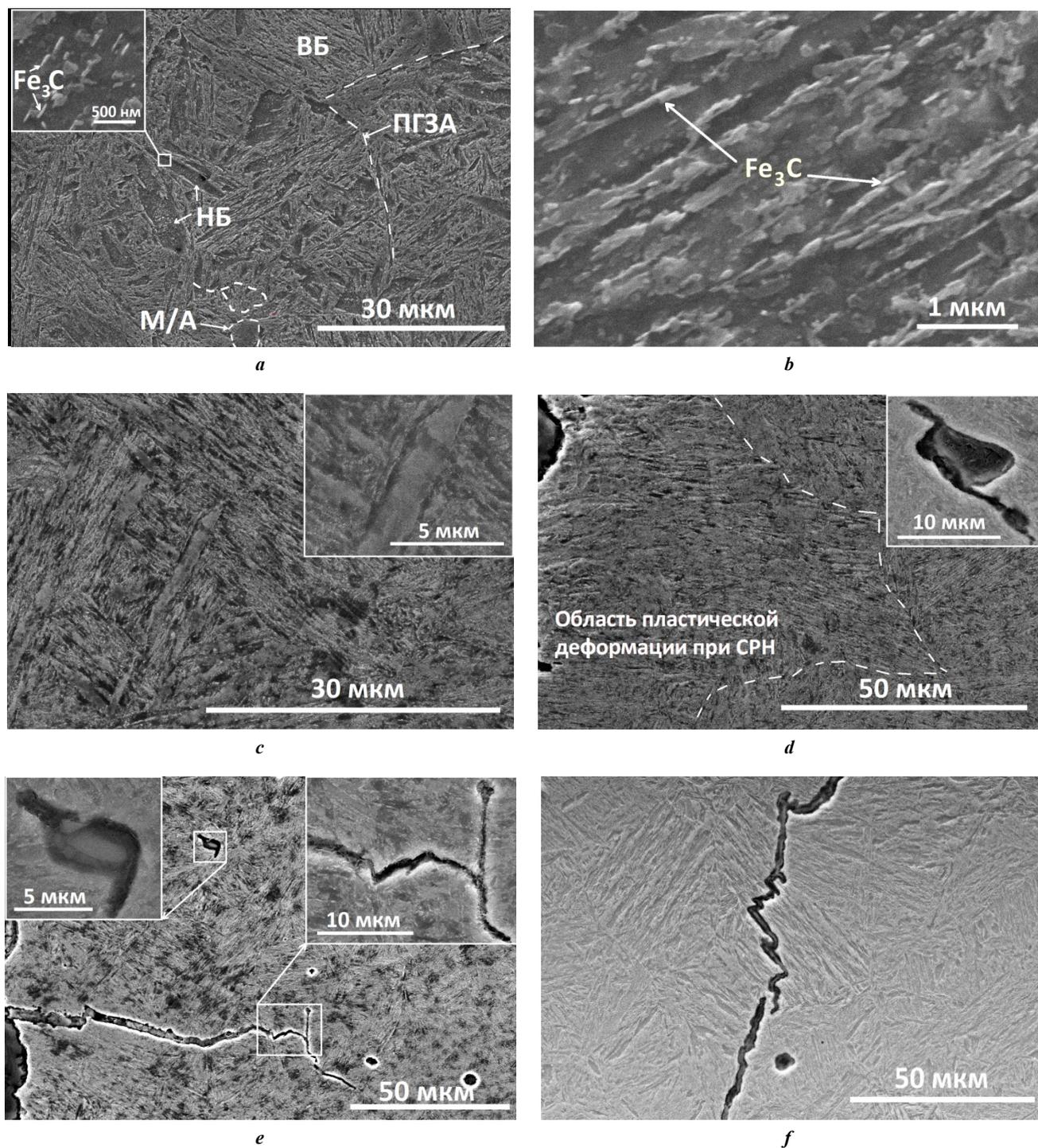


Рис. 2. РЭМ-изображения микроструктуры после эксплуатации:
a – общий вид микроструктуры вдали от излома; **b** – пластины верхнего бейнита;
c – общий вид микроструктуры в области излома; **d** – полосы деформации;
e – вид трещин в области излома; **f** – развитие трещины на бейнитных блоках.
 ВБ – верхний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

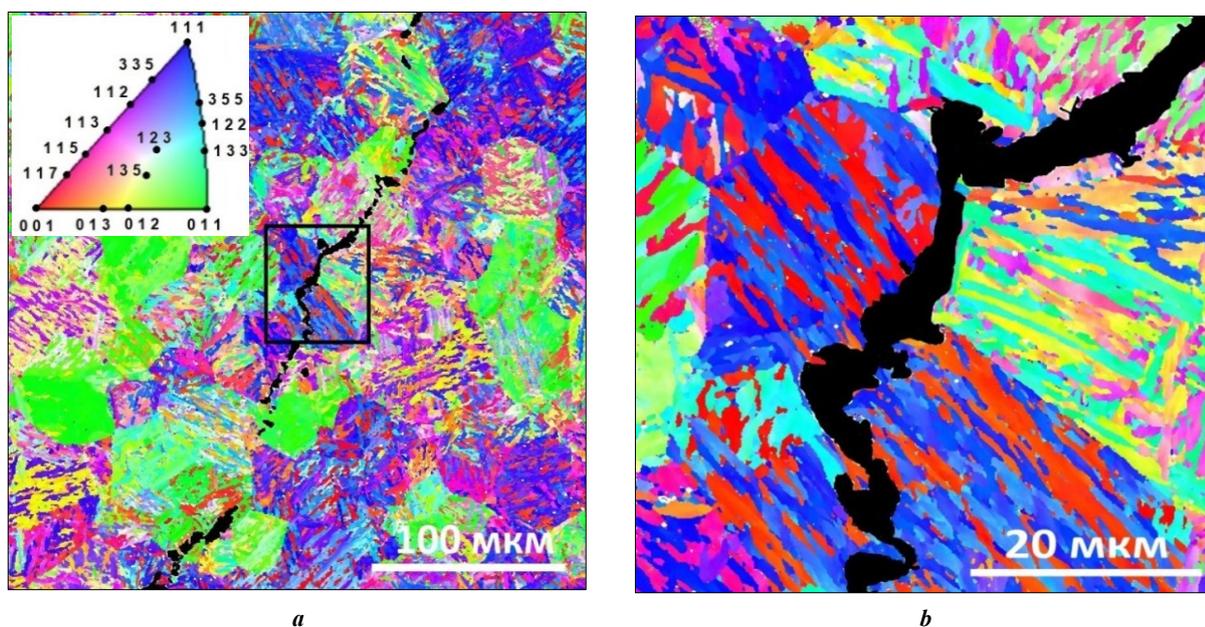


Рис. 3. ДОРЭ-изображения микроструктуры: а – общий вид; б – прецизионный участок
 Fig. 3. EBSD images of the microstructure: a – general view; b – precision area

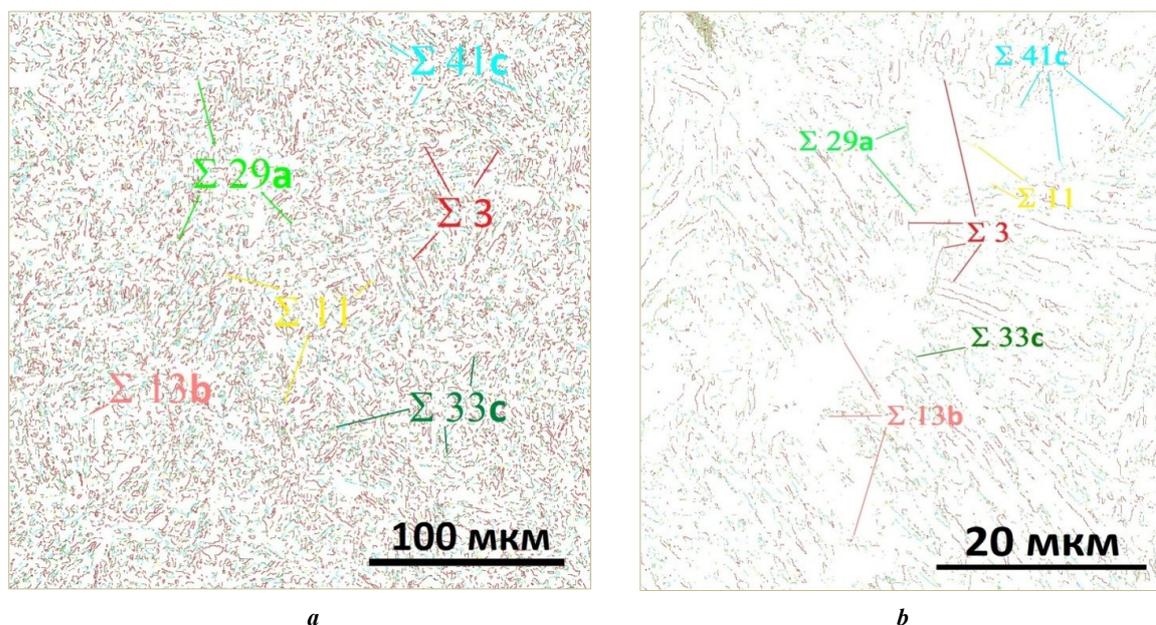


Рис. 4. ДОРЭ-изображения микроструктуры:
a – карта распределения специальных границ зерен в муфте без эксплуатации;
b – карта распределения специальных границ зерен около трещины
Fig. 4. EBSD images of the microstructure:
a – map of distribution of special grain boundaries in the coupling (pipe) without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

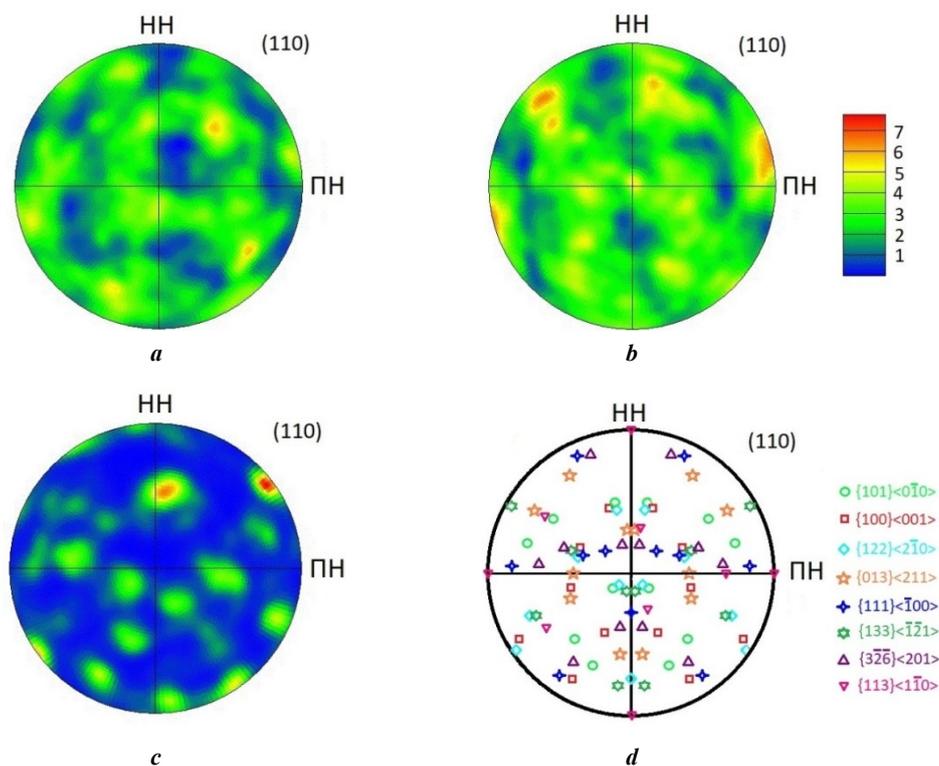


Рис. 5. Прямые полюсные фигуры (110):

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 микротекстурный 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 отпуска 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

- Askari M., Aliofkhaezaei 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).
- 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).
- 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).
- 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).
- 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. № 1. P. 65–70. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-1-65-70](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-1-65-70).
- 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).
- Cheng Y. Frank. Stress Corrosion Cracking of Pipelines. Great Britain: Wiley, 2013. 288 p.
- Zhou Y. Pipeline and Energy Plant Piping: Design and Technology. Netherlands: Elsevier Science, 2013. 392 p.
- 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.jngse.2021.141080).
- 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).
- 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).
- 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).
- 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).
- 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).
- 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).
- 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).
- 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).
- 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).
- 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).
- Rampelberg C., Allain S.Y.P., Geandier G., Teixeira J., Lebel F., Sourmail T. Carbide-Free Bainite Transformations Above and Below Martensite Start Temperature

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).

Скоростная чувствительность механических свойств сплава ZK60 с высокой степенью коррозионных повреждений

© 2023

Мерсон Евгений Дмитриевич^{*1}, кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий

*Полуянов Виталий Александрович*², кандидат технических наук,
младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий

*Мягких Павел Николаевич*³, младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий

*Мерсон Дмитрий Львович*⁴, доктор физико-математических наук, профессор,
директор НИИ прогрессивных технологий

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: Mersoned@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7063-088X>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0570-2584>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7530-9518>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Поступила в редакцию 19.09.2022

Принята к публикации 31.10.2022

Аннотация: Существует устойчивое мнение, что водород, поглощаемый магниевыми сплавами в процессе коррозии, может вызывать их коррозионное растрескивание под напряжением. Одним из характерных признаков участия диффузионно-подвижного водорода в механизме разрушения металлов является отрицательная скоростная зависимость степени охрупчивания. В недавних исследованиях было показано, что потеря пластичности образцов сплава ZK60, подвергнутых кратковременному (1,5 ч) воздействию коррозионной среды, действительно уменьшается с ростом скорости деформации. Однако после удаления продуктов коррозии с поверхности образцов скоростная зависимость потери пластичности становится положительной, что свидетельствует об отсутствии водорода в объеме металла. При кратковременной выдержке в коррозионной среде глубокое проникновение водорода в металл могло быть ограничено недостаточным для диффузии водорода временем. В работе исследовано механическое поведение сплава ZK60, подвергнутого более длительной (12 ч) предварительной выдержке в коррозионной среде с последующим испытанием на растяжение в атмосфере воздуха при различных скоростях деформации. Рассмотрено влияние скорости деформирования, длительной выдержки в коррозионной среде и последующего удаления продуктов коррозии на прочность, пластичность, стадии деформационного упрочнения и локализованной деформации, а также на состояние боковой поверхности и изломов образцов. Установлено, что потеря пластичности образцов, выдержанных в течение 12 ч в коррозионной среде, уменьшается с ростом скорости деформирования независимо от того, были удалены продукты коррозии с их поверхности или нет. Показано, что в данном случае отрицательная скоростная зависимость потери пластичности связана не с водородом, растворенным в объеме металла, а с наличием глубоких коррозионных повреждений поверхности образцов. Предложено объяснение влияния коррозионных повреждений на механические свойства и чувствительность этих свойств к изменению скорости деформации.

Ключевые слова: магниевые сплавы; сплав ZK60; коррозионное растрескивание под напряжением; коррозия; скорость деформации; механические свойства.

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФ в рамках научного проекта № 18-19-00592.

Для цитирования: Мерсон Е.Д., Полуянов В.А., Мягких П.Н., Мерсон Д.Л. Скоростная чувствительность механических свойств сплава ZK60 с высокой степенью коррозионных повреждений // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 1. С. 56–55. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-45-55.

ВВЕДЕНИЕ

Сплавы на основе магния, обладающие уникальным комплексом механических свойств, являются перспективным конструкционным материалом для многих отраслей промышленности, включая автомобильную, авиакосмическую и другие. Кроме того, магниевые сплавы нашли применение в качестве материала для биорезорбируемых имплантатов, которые могут растворяться в организме человека после выполнения своей функции. Однако серьезным препятствием на пути к более широкому использованию магниевых сплавов

в указанных областях является их низкая стойкость к коррозии и коррозионному растрескиванию под напряжением (КРН).

Разрушение сплавов на основе магния в агрессивных средах может происходить при напряжениях существенно ниже предела текучести [1–3]. Несмотря на то, что на решение проблемы КРН в последнее время направлено много усилий со стороны научного сообщества, многие вопросы, касающиеся природы поведения магния под воздействием коррозионной среды, по-прежнему остаются открытыми. В частности, отсутствует единая точка зрения о механизме КРН. Данное

явление развивается в результате одновременного воздействия механической нагрузки и коррозионной среды и может приводить к хрупкому разрушению большинства магниевых сплавов [4–6]. Наиболее распространенной является гипотеза о том, что основной причиной такого охрупчивания является водород, который образуется и проникает в металл в процессе коррозионной реакции [7–9]. В качестве аргумента в пользу данной версии часто приводится тот факт, что магниевые сплавы подвержены так называемому предэкспозиционному коррозионному растрескиванию под напряжением (ПКРН), которое развивается в результате предварительной выдержки металла в коррозионной среде и проявляется в виде снижения его механических свойств и появления хрупкой составляющей в изломе при последующих испытаниях на воздухе [10–12].

Поскольку непосредственно в ходе механических испытаний образец с агрессивной средой не контактирует, наблюдаемое охрупчивание связывают с водородом, попавшим в металл в процессе предварительной выдержки в коррозионном растворе [13–15]. Данное явление было обнаружено во многих магниевых сплавах, которые выдерживались в коррозионных средах различного состава [16–18]. Кроме того, было обнаружено, что падение механических свойств уменьшается с увеличением скорости деформации [19; 20]. Подобный результат расценивается как дополнительное свидетельство участия водорода в механизме ПКРН [20], поскольку отрицательная скоростная зависимость потери пластичности является характерной особенностью многих металлов и сплавов, охрупченных водородом [21; 22]. Объясняется такая зависимость тем, что с повышением скорости деформации меньшее количество водорода успевает диффундировать к вершине трещины, из-за чего ее распространение происходит при более высоком внешнем напряжении, чем в присутствии водорода.

В недавних исследованиях на примере сплавов ZK60 и AZ31 было показано, что если в ходе предварительной выдержки в коррозионной среде поверхность образца не была сильно повреждена в результате анодного растворения, то охрупчивание, связанное с ПКРН, может быть полностью устранено путем удаления продуктов коррозии с поверхности образца перед испытанием на воздухе [19; 23; 24]. При этом газовый анализ образцов с удаленными продуктами коррозии показал, что концентрация диффузионно-подвижного водорода в их объеме незначительна [23; 24]. Позднее было установлено, что отрицательная скоростная зависимость потери пластичности образцов, выдержанных в коррозионной среде в течение 1,5 ч, становится положительной (такой же, как у образцов, не подвергавшихся выдержке

в коррозионной среде) после удаления с поверхности продуктов коррозии [19].

На основе полученных результатов был сделан вывод о том, что основной причиной охрупчивания в результате ПКРН является не водород, растворенный в объеме металла, а охрупчивающие агенты, например водород или остаточная коррозионная среда, находящиеся в слое продуктов коррозии [19; 23; 24]. Однако исследование влияния скорости деформации в работе [19] проводилось на образцах, которые выдерживались в коррозионной среде в течение сравнительно короткого промежутка времени – 1,5 ч. Можно предположить, что за это время водород не успел проникнуть на значительную глубину в объем металла, поэтому после удаления продуктов коррозии он быстро удалился в атмосферу из поверхностного слоя.

В связи с этим целесообразным является проведение исследования влияния скорости деформации на ПКРН сплава ZK60, подвергнутого более длительной выдержке. Важно отметить, что в предыдущих работах было показано, что увеличение времени выдержки в коррозионной среде образцов сплава ZK60 с 1,5 до 12 ч приводит к появлению сильных коррозионных повреждений [23], которые также могут оказывать влияние на механические свойства и их чувствительность к изменению скорости деформации.

Цель работы – прояснение роли водорода и необратимых коррозионных повреждений поверхности в механизме ПКРН сплава ZK60.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала исследования использовали промышленный сплав марки ZK60, полученный методом горячей экструзии. Химический состав сплава, определенный при помощи оптико-эмиссионного спектрометра ARL 4460 (Thermo Fisher Scientific), приведен в таблице 1. Сплав имеет микроструктуру со средним размером зерна α -фазы 3 мкм. Снимки микроструктуры и ее подробное описание приведены в одной из предыдущих работ [25].

Из прутка диаметром 25 мм путем токарной обработки вдоль направления экструзии были вырезаны резьбовые цилиндрические образцы для испытаний на растяжение с рабочей частью размером 6×30 мм. Изготовленные образцы выдерживались в течение 12 ч в водном коррозионном растворе 4 % NaCl + 4 % K₂Cr₂O₇ (такой же раствор использовался в работе [19]) при комнатной температуре (24 °C) без приложения внешнего механического и электрического напряжения. В процессе выдержки с коррозионным раствором контактировала только рабочая часть образцов. После окончания

Таблица 1. Химический состав сплава ZK60, вес. %
Table 1. Chemical composition of the ZK60 alloy, % wt.

Mg	Al	Zn	Ca	Zr	Fe	Cu	Mn	Ce	Nd	Si
Основа	0,002	5,417	0,0004	0,471	0,001	0,002	0,005	0,002	0,003	0,003

выдержки образцы извлекались из коррозионной среды и промывались в струе этилового спирта, затем сушились сжатым воздухом. С ряда образцов сразу после выдержки удалялись продукты коррозии путем погружения на 1 мин в стандартный водный раствор С.5.4 (20 % CrO₃ + 1 % AgNO₃) по ГОСТ Р 9.907 с последующей промывкой в спирте и сушкой сжатым воздухом. В течение 5 мин после окончания выдержки или удаления продуктов коррозии начинали испытание образцов на растяжение, которое проводилось на воздухе комнатной температуры при постоянных начальных скоростях деформирования в диапазоне от $5 \cdot 10^{-6}$ до $5 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ (от 0,01 до 1 мм/мин) с использованием испытательной машины AG-Xplus (Shimadzu).

Для сравнения аналогичные испытания проводили на образцах в исходном состоянии, не подвергавшихся выдержке в коррозионной среде. После испытания при помощи сканирующего электронного микроскопа SIGMA

(Carl Zeiss) проводили анализ изломов и боковых поверхностей разрушенных образцов.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Механические свойства

Механические испытания показали (рис. 1), что при одинаковой скорости деформации в результате выдержки в коррозионной среде и прочность, и пластичность образцов сильно снижаются (рис. 1 а, 1 б). При этом механические свойства образцов частично восстанавливаются после удаления продуктов коррозии. Установлено, что с увеличением скорости деформирования относительное удлинение образцов в исходном состоянии значительно уменьшается, а их прочность растет. В то же время пластичность образцов, которые перед испытанием были подвергнуты выдержке

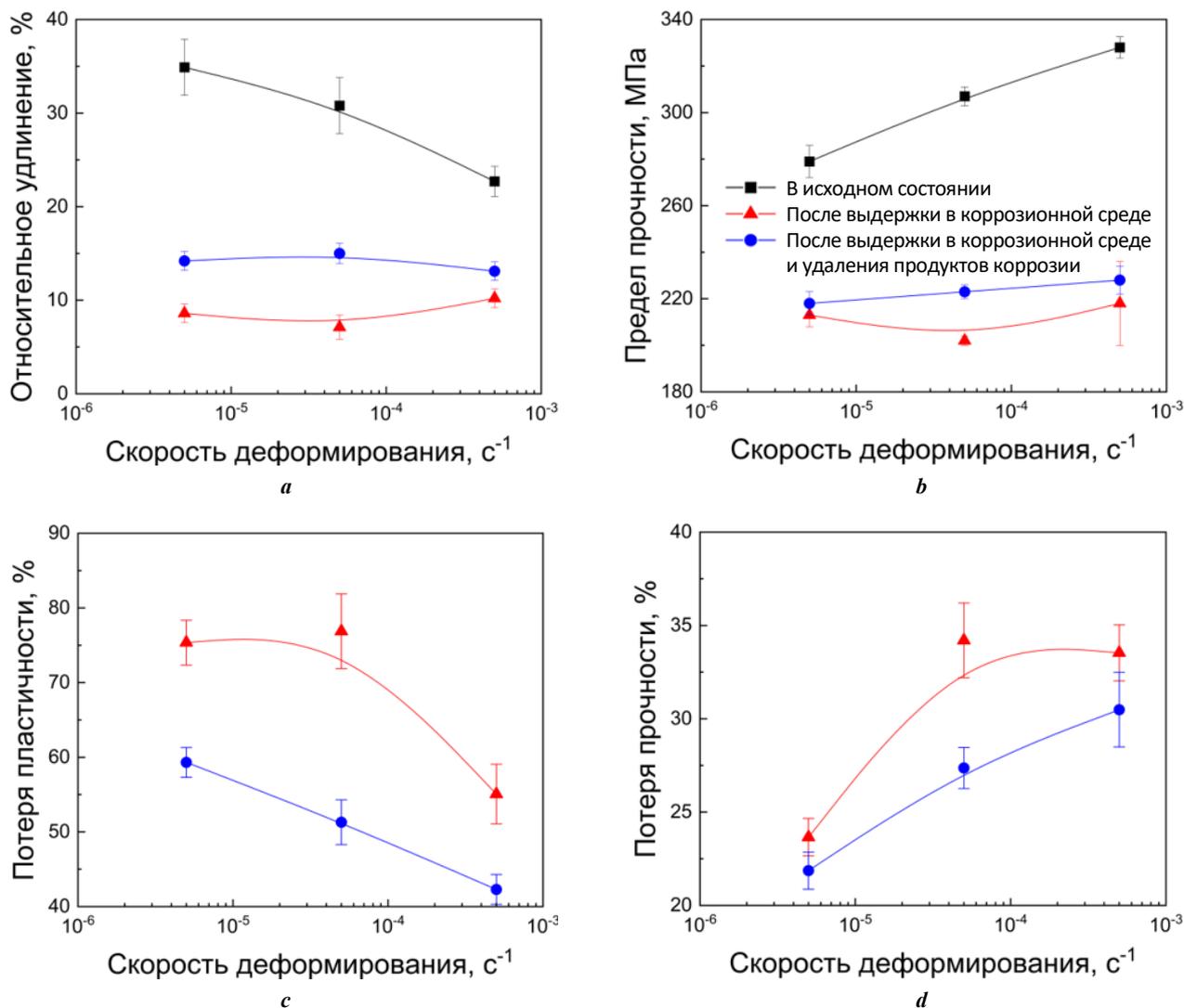


Рис. 1. Влияние скорости деформирования на:
a – относительное удлинение; **b** – предел прочности; **c** – потерю пластичности;
d – потерю прочности образцов сплава ZK60 в разных состояниях

Fig. 1. The effect of strain rate on:
a – the elongation to failure; **b** – the ultimate tensile strength; **c** – the loss of ductility;
d – the loss of strength of the ZK60 alloy in different states

в коррозионной среде, практически не меняется с увеличением скорости деформирования независимо от того, удалялись с них продукты коррозии или нет. Прочность образцов, выдержанных в коррозионной среде, растет с увеличением скорости деформирования, но значительно слабее, чем у образцов в исходном состоянии.

Поскольку механические свойства образцов в исходном состоянии сильно меняются в зависимости от скорости деформирования, для оценки скоростной чувствительности степени охрупчивания сплава целесообразно использовать величину потери пластичности и прочности относительно образцов в исходном состоянии при данной скорости деформирования. Установлено, что величина потери пластичности образцов, выдержанных в коррозионной среде, уменьшается с увеличением скорости деформирования, а потеря прочности, наоборот, растет (рис. 1 с, 1 d). Данное утверждение справедливо как для образцов с удаленными продуктами коррозии, так и для тех, с которых продукты коррозии не удалялись.

Внешний вид диаграмм растяжения, полученных в ходе испытания образцов (рис. 2), свидетельствует о том, что уменьшение относительного удлинения образцов в исходном состоянии в результате повышения скорости деформирования происходит главным образом за счет сокращения участка локализованной деформации на диаграмме растяжения, тогда как изменение длины участка деформационного упрочнения выражено гораздо слабее. Данная закономерность наглядно продемонстрирована на рис. 3, где представлены графики изменения длины участков деформационного упрочнения – δ_{SH} и локализованной деформации – δ_l в зависимости от скорости деформирования для образцов, испытанных в разных состояниях.

Согласно зависимостям, представленным на рис. 3, δ_l в результате выдержки в коррозионной среде сокращается гораздо сильнее, чем δ_{SH} . Причем после удаления продуктов коррозии δ_{SH} возрастает до уровня, соответствующего образцам в исходном состоянии, тогда как δ_l практически не восстанавливается. Величины δ_{SH} и δ_l для образцов, которые выдерживались в коррозионной среде, слабо зависят от скорости деформирования независимо от того, удалялись продукты коррозии с поверхности образцов или нет. Следует отметить, что для данных образцов с ростом скорости деформирования δ_{SH} немного увеличивается, а δ_l немного снижается.

Анализ изломов и боковых поверхностей

Из рис. 4 а–f следует, что боковая поверхность образцов, которые перед испытанием выдерживались в коррозионной среде, имеет характерный бугристый рельеф, сформированный в результате неравномерного растворения образца в процессе выдержки в коррозионной среде. Для сравнения на рис. 4 g–i представлены снимки боковых поверхностей образцов в исходном состоянии, имеющих принципиально иной рельеф без каких-либо признаков коррозионных повреждений. Важно отметить, что на боковой поверхности образцов, с которых после выдержки в коррозионной среде продукты коррозии не удалялись, присутствуют многочисленные трещины, ориентированные перпендикулярно оси растяжения (рис. 4 а–с). В то же время у образцов, с которых продукты коррозии были удалены, такие трещины отсутствуют (рис. 4 d–f).

Фрактографический анализ показал, что в периферийной области излома образцов, испытываемых после выдержки в среде без удаления продуктов коррозии, присутствует характерная кольцевая зона с морфологией

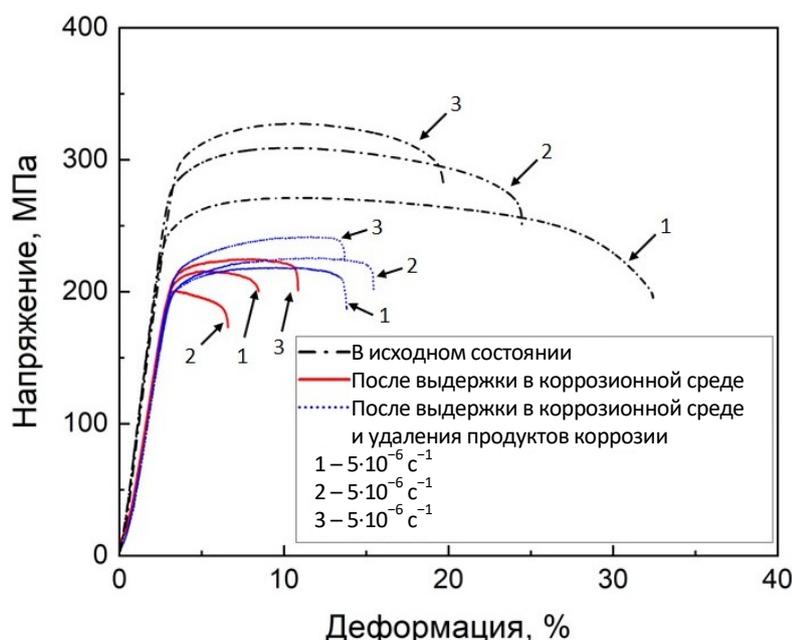


Рис. 2. Влияние скорости деформирования на диаграммы растяжения образцов сплава ZK60 в разных состояниях

Fig. 2. The effect of strain rate on the stress-strain diagrams of the ZK60 alloy specimens in different states

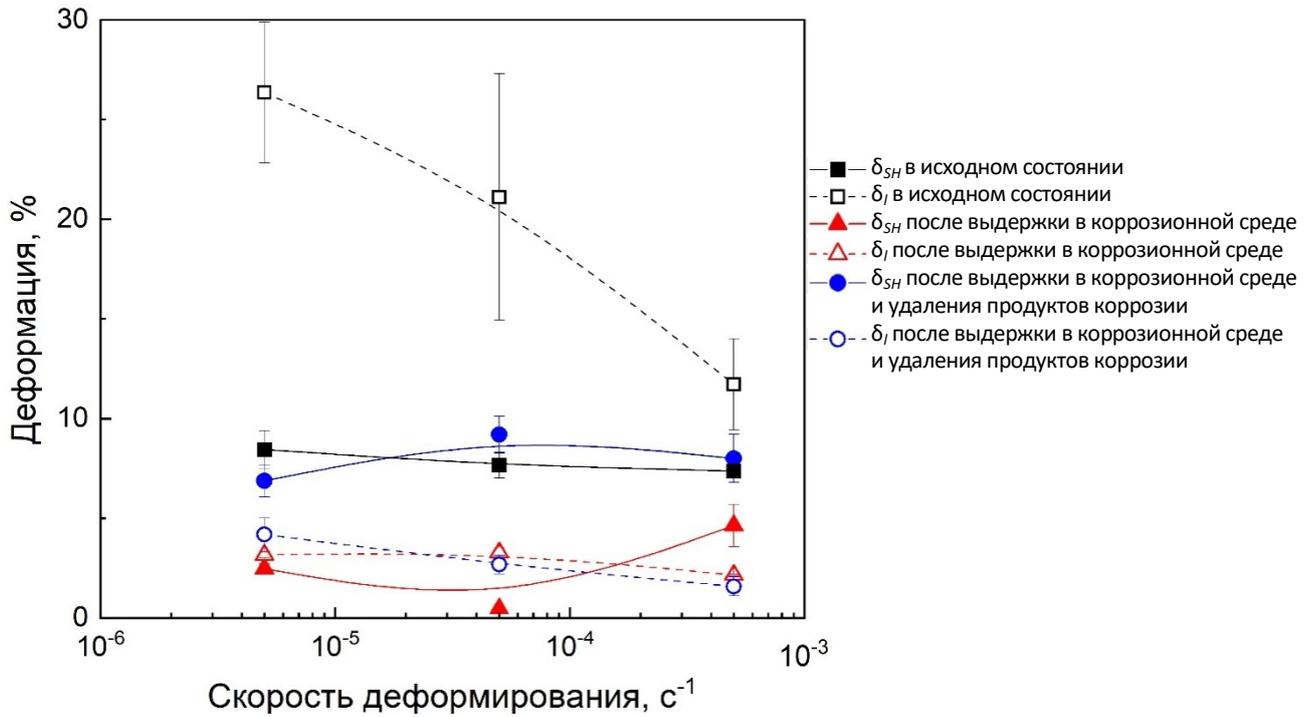


Рис. 3. Влияние скорости деформирования на длину участка деформационного упрочнения – δ_{SH} и локализованной деформации – δ_l на диаграммах растяжения образцов сплава ZK60 в разных состояниях
Fig. 3. The effect of strain rate on the length of strain-hardening – δ_{SH} and localized deformation – δ_l parts of the stress-strain diagrams of the ZK60 alloy specimens in different states

хрупкого разрушения, площадь которой уменьшается с увеличением скорости деформации (рис. 5 а–с). При этом у образцов, с поверхности которых продукты коррозии были удалены перед началом испытания (рис. 5 d–f), так же как и у образцов в исходном состоянии (рис. 5 g–i), изломы полностью вязкие без каких-либо признаков хрупкого разрушения независимо от скорости деформирования.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Согласно полученным результатам потеря пластичности, величина которой характеризует степень охрупчивания сплава в результате ПКРН, уменьшается с ростом скорости деформирования у всех образцов, которые выдерживались в коррозионной среде в течение 12 ч, включая те, с которых после выдержки удалялись продукты коррозии. В то же время в одной из наших последних работ показано, что потеря пластичности того же самого сплава после выдержки в коррозионной среде в течение 1,5 ч и последующего удаления продуктов коррозии, напротив, растет с увеличением скорости деформирования [19]. При этом, если продукты коррозии после 1,5 ч выдержки с поверхности образцов не удалялись, потеря пластичности уменьшалась с увеличением скорости деформирования так же, как и после 12 ч выдержки в настоящей работе.

Придерживаясь общепринятой точки зрения, согласно которой отрицательная скоростная зависимость потери пластичности магниевых сплавов при КРН и ПКРН связана с растворенным в них диффузионно-подвижным водородом [13; 15; 20], обнаруженное

в настоящей и предыдущей [19] работах поведение механических свойств сплава ZK60 в зависимости от скорости деформирования можно ошибочно интерпретировать следующим образом. В результате относительно короткой выдержки в коррозионной среде в течение 1,5 ч водород не успевает проникнуть глубоко в объем металлической матрицы и располагается в поверхностном слое под коркой продуктов коррозии, препятствующих его выходу из образца. Поэтому при сохранении слоя продуктов коррозии на поверхности образцов в процессе испытания на растяжение водород участвует в механизме зарождения и роста хрупких трещин, что в конечном итоге приводит к преждевременному разрушению сплава, снижению его пластичности и появлению в изломе хрупкой зоны. С увеличением скорости деформации уменьшается количество водорода, который успевает продиффундировать к вершине трещины, поэтому потеря пластичности уменьшается. Если же продукты коррозии удаляются с поверхности образцов, то водород быстро десорбируется из поверхностного слоя в атмосферу, что приводит к восстановлению пластичности сплава и качественному изменению зависимости потери его пластичности от скорости деформирования. При более длительной выдержке в коррозионной среде в течение 12 ч водород успевает проникнуть существенно глубже в объем металла и поэтому полностью не удаляется из образцов после снятия продуктов коррозии. По этой причине уменьшение потери пластичности с увеличением скорости деформирования наблюдается как у образцов с удаленными продуктами коррозии, так и у тех, с которых продукты коррозии не удалялись.

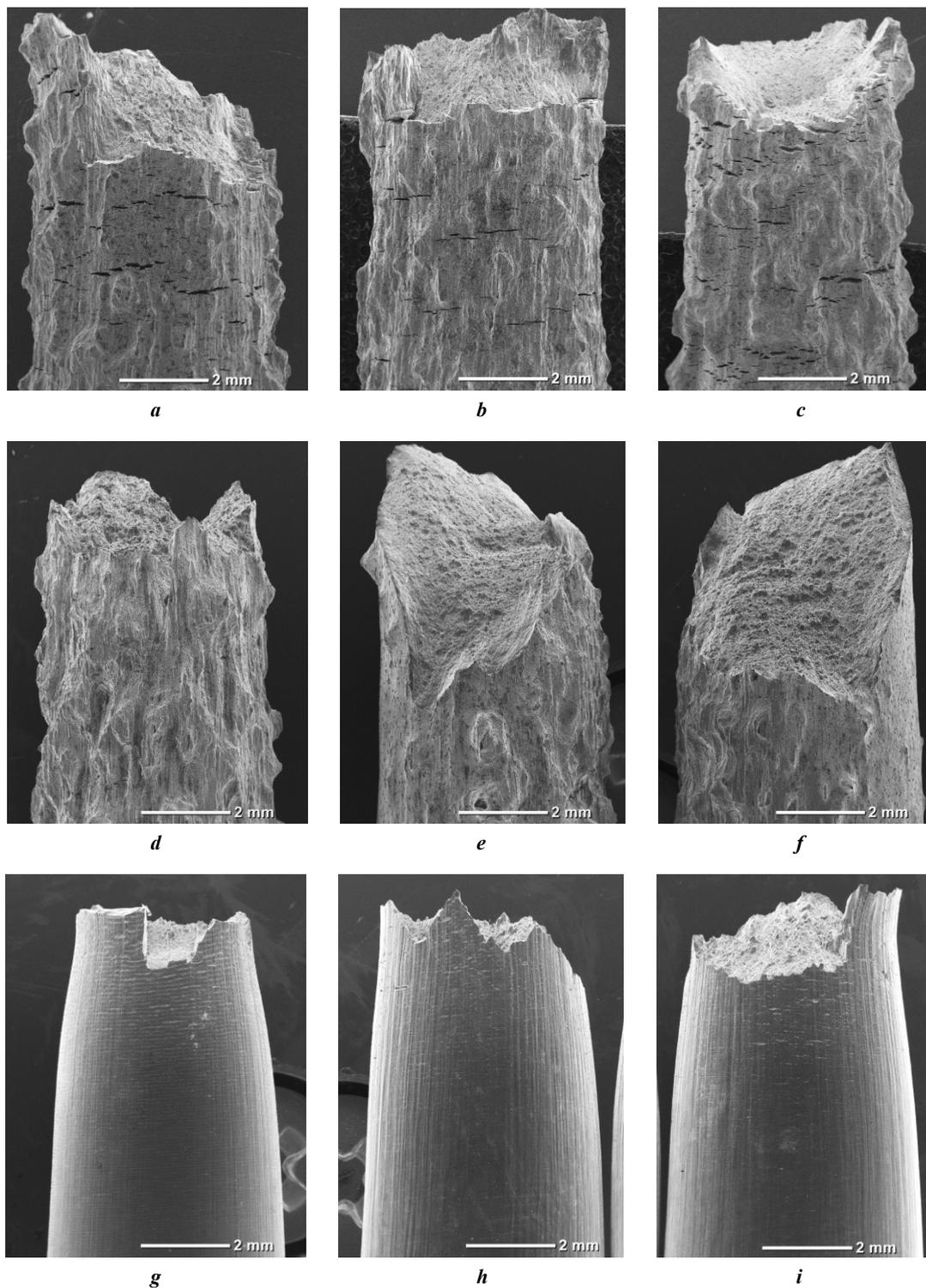


Рис. 4. Влияние скорости деформирования (*a, d, g* – $5 \cdot 10^{-6} \text{ c}^{-1}$; *b, e, h* – $5 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$; *c, f, i* – $5 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$) на состояние боковой поверхности образцов, испытанных на растяжение на воздухе: *a–c* – после выдержки в коррозионной среде; *d–f* – после выдержки в коррозионной среде и удаления продуктов коррозии; *g–i* – в исходном состоянии. СЭМ

Fig. 4. The effect of strain rate (*a, d, g* – $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$; *b, e, h* – $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$; *c, f, i* – $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) on the state of the side surface of the specimens tensile-tested in air: *a–c* – after pre-exposure to the corrosive medium; *d–f* – after pre-exposure to the corrosive medium and removal of corrosion products; *g–i* – in the reference state. SEM

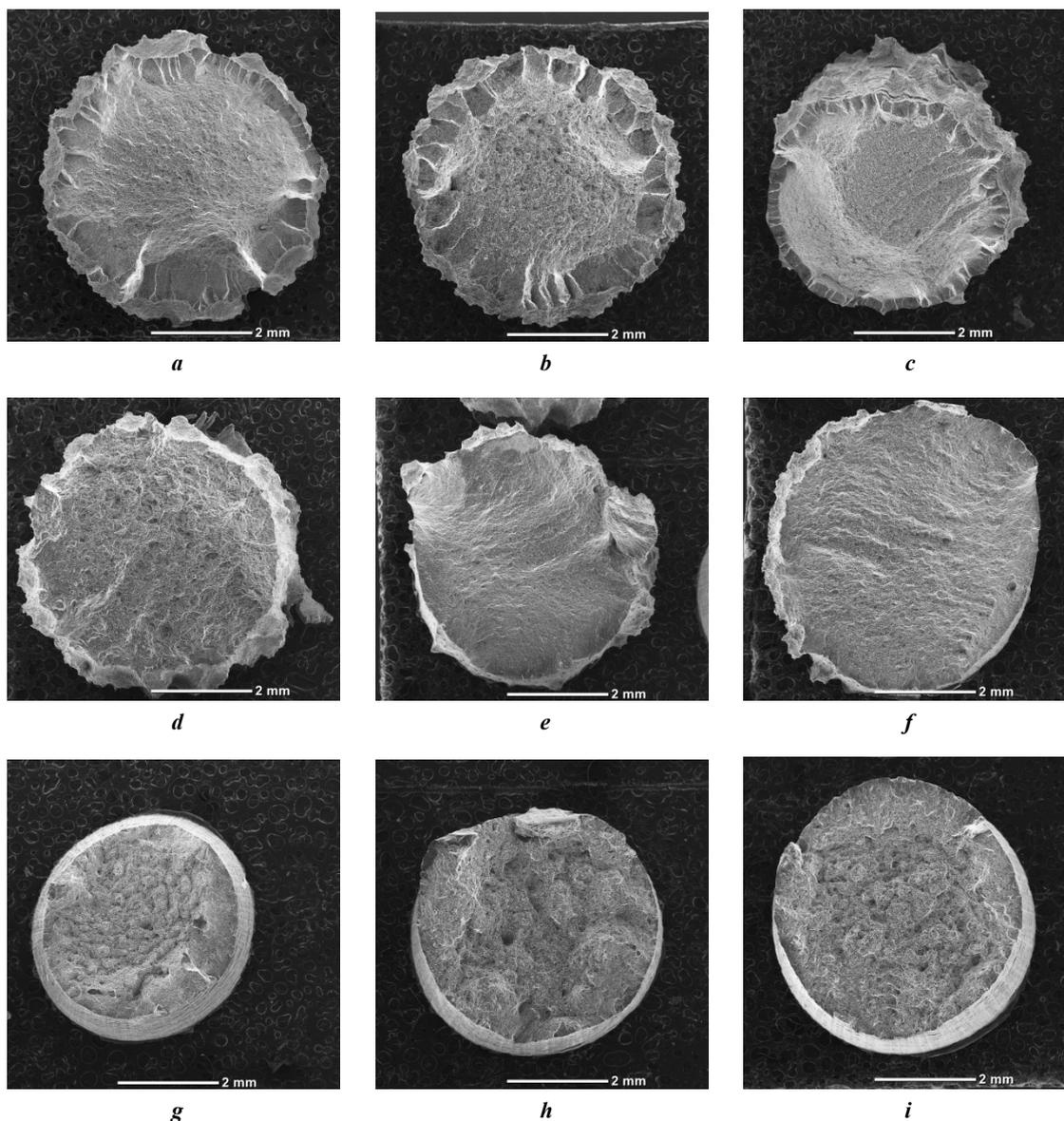


Рис. 5. Влияние скорости деформирования (*a, d, g* – $5 \cdot 10^{-6} \text{ c}^{-1}$; *b, e, h* – $5 \cdot 10^{-5} \text{ c}^{-1}$; *c, f, i* – $5 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$) на состояние излома образцов, испытанных на растяжение на воздухе:

a–c – после выдержки в коррозионной среде;

d–f – после выдержки в коррозионной среде и удаления продуктов коррозии;

g–i – в исходном состоянии. СЭМ

Fig. 5. The effect of strain rate (*a, d, g* – $5 \cdot 10^{-6} \text{ s}^{-1}$; *b, e, h* – $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$; *c, f, i* – $5 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) on the state of the fracture surface of the specimens tensile-tested in air:

a–c – after pre-exposure to the corrosive medium;

d–f – after pre-exposure to the corrosive medium and removal of corrosion products;

g–i – in the reference state. SEM

Важным аргументом против такой интерпретации полученных результатов служит тот факт, что у образцов, с поверхности которых продукты коррозии были удалены после 12 ч выдержки, полностью отсутствует хрупкая зона в изломе и хрупкие вторичные трещины на боковой поверхности независимо от того, при какой скорости деформирования проводилось испытание. Таким образом, изменение потери пластичности этих образцов с ростом скорости деформирования не может быть связано с подавлением механизма хрупкого разрушения, которое является неотъемлемым атрибутом водородной хрупкости. Действительно, в предыдущих работах пока-

зано, что концентрация водорода в образцах, которые были выдержаны в коррозионной среде, в том числе в течение 12 ч, и с которых затем были удалены продукты коррозии, незначительна [23; 24]. Было сделано предположение, что основной причиной охрупчивания образцов, предварительно выдержанных в коррозионной среде, являются охрупчивающие агенты, например водород или остаточная коррозионная среда, находящиеся в слое продуктов коррозии [19; 23; 24]. Детали этого механизма будут изучены в дальнейших исследованиях. В настоящей же работе целесообразно рассмотреть особенности скоростной зависимости свойств образцов

с удаленными продуктами коррозии, в которых данные охрупчивающие агенты однозначно отсутствуют.

Если разрушение образцов с удаленными продуктами коррозии происходит по обычному вязкому механизму, такому же, как у образцов в исходном состоянии, следует ожидать и одинаковый характер зависимости пластичности от скорости деформации для двух данных типов образцов. В частности, именно это и наблюдалось, когда время выдержки составляло 1,5 ч [19]: пластичность образцов как в исходном состоянии, так и после удаления продуктов коррозии уменьшалась с увеличением скорости деформирования, причем у образцов с удаленными продуктами коррозии уменьшение пластичности с ростом скорости деформирования происходило даже сильнее, чем у образцов в исходном состоянии, из-за чего происходило увеличение потери пластичности. Однако, как показывают результаты настоящей работы, в случае выдержки продолжительностью 12 ч при повышении скорости деформации пластичность образцов с удаленными продуктами коррозии практически не меняется.

Можно предположить, что разница в скоростной чувствительности пластичности образцов в исходном состоянии и образцов после выдержки с удаленными продуктами коррозии может быть связана с необратимыми коррозионными повреждениями, степень которых в случае выдержки продолжительностью 12 ч существенно выше, чем после выдержки в течение 1,5 ч. Так, в работе [23] показано, что шероховатость поверхности и уменьшение поперечного сечения образцов сплава ZK60 в результате коррозии после 12 ч выдержки в растворе 4 % NaCl + 4 % K₂Cr₂O₇ были в 4 раза выше, чем после 1,5 ч.

Уменьшение поперечного сечения образцов в результате выдержки в среде приводит к снижению нагрузки начала пластического течения и максимальной нагрузки до разрушения, что выражается в кажущемся снижении пределов прочности и текучести. Увеличение же шероховатости поверхности, связанное с появлением многочисленных глубоких коррозионных язв, вероятно, существенно облегчает зарождение трещин, что сказывается в основном на пластичности образцов. Как показали результаты анализа диаграмм растяжения, падение пластичности в результате 12 ч выдержки в коррозионной среде происходит в первую очередь из-за сильного сокращения длины участка локализованной деформации δ_l , которая, в отличие от δ_{SH} , не восстанавливается после удаления продуктов коррозии. Хорошо известно, что формирование вязких трещин в металлических материалах происходит за счет слияния пор, появление которых при растяжении гладких образцов происходит после протекания существенной пластической деформации на стадии локализованного течения в области шейки [26]. По-видимому, в образцах, подвергнутых выдержке в коррозионной среде, формирование вязких трещин происходит за счет слияния коррозионных язв, поэтому пластическая деформация для образования пор не требуется и разрушение наступает вскоре после локализации деформации в шейке.

Как показали результаты настоящей работы, уменьшение относительного удлинения образцов в исходном состоянии при увеличении скорости деформирования также происходит главным образом за счет уменьшения δ_l . Следовательно, повышение скорости деформирования не оказывает влияния на относитель-

ное удлинение образцов с удаленными продуктами коррозии, поскольку их δ_l уже уменьшена практически до минимума из-за сильных коррозионных повреждений. Следует отметить, что после удаления продуктов коррозии с образцов, которые выдерживались в коррозионной среде в течение 1,5 ч и, соответственно, имели гораздо более слабые коррозионные повреждения, происходило полное восстановление как δ_l , так и δ_{SH} , поэтому увеличение скорости деформирования в этом случае приводило к уменьшению относительного удлинения так же, как у образцов в исходном состоянии.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что наличие отрицательной скоростной зависимости потери пластичности при ПКРН магниевых сплавов не всегда является однозначным индикатором участия диффузионно-подвижного водорода в механизме разрушения.

Как показали результаты настоящего исследования, помимо уменьшения пластичности с ростом скорости деформирования происходит увеличение прочности образцов как в исходном состоянии, так и после выдержки и удаления продуктов коррозии. Однако прочность образцов, выдержанных в коррозионной среде, при увеличении скорости деформирования растет гораздо слабее, чем у образцов в исходном состоянии. По этой причине величина потери прочности образцов, выдержанных в коррозионной среде, с ростом скорости деформирования увеличивается.

Различия в скоростной чувствительности прочности у образцов в исходном состоянии и образцов, выдержанных в коррозионной среде, предположительно тоже могут быть связаны с коррозионными повреждениями. Вероятно, с повышением скорости деформации сплав становится более чувствительным к концентраторам напряжений, в роли которых выступают коррозионные язвы. При низкой скорости деформирования они успевают пластически затупиться, что сопровождается релаксацией напряжений вблизи концентраторов, тогда как при высокой скорости эти же язвы остаются сравнительно острыми, из-за чего локальное разрушающее напряжение вблизи них достигается при меньшем внешнем напряжении.

Таким образом, с одной стороны, увеличение скорости деформирования приводит к росту предела прочности из-за затруднения протекания пластической деформации во всем объеме образца. С другой – локальное затруднение пластической деформации вблизи концентраторов напряжений препятствует их затуплению и, как следствие, приводит к уменьшению предела прочности. Поскольку у образцов в исходном состоянии большие концентраторы напряжений отсутствуют, их влияние на величину предела прочности незначительно, и он сильно возрастает при повышении скорости деформирования. При этом при повышении скорости деформирования образцов, выдержанных в коррозионной среде, уменьшение предела прочности, связанное с ростом остроты концентраторов напряжений, компенсирует прирост предела прочности от затруднения пластической деформации по объему образца в целом.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Увеличение степени коррозионных повреждений на поверхности образцов сплава ZK60 в результате увеличения длительности их предварительной выдержки

в коррозионной среде может приводить к принципиальному изменению скоростной чувствительности механических свойств данных образцов при последующих испытаниях на воздухе.

2. Уменьшение относительного удлинения сплава ZK60 с увеличением скорости деформации происходит в основном за счет сокращения стадии локализованной деформации.

3. Появление глубоких язв и других коррозионных повреждений приводит к сокращению длины участка локализованной деформации на диаграмме растяжения и не оказывает влияния на длину участка деформационного упрочнения.

4. С увеличением скорости деформации относительное удлинение образцов с высокой степенью коррозионных повреждений практически не меняется, а потеря их пластичности по отношению к образцам, которые не подвергались коррозионному воздействию, растет, поскольку стадия локализованной деформации в образцах, поврежденных коррозией, практически отсутствует.

5. Отрицательная скоростная зависимость потери пластичности образцов, с поверхности которых после длительной выдержки в коррозионной среде были удалены продукты коррозии, связана с высокой степенью коррозионных повреждений их поверхности, а не с наличием в их объеме водорода.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Dubey D., Kadali K., Panda S., Kumar A., Jain J., Mondal K., Singh S. Comparative study on the stress corrosion cracking susceptibility of AZ80 and AZ31 magnesium alloys // *Materials Science and Engineering A*. 2020. Vol. 792. Article number 139793. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139793](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139793).
- He L., Yang J., Xiong Y., Song R. Effect of solution pH on stress corrosion cracking behavior of modified AZ80 magnesium alloy in simulated body fluid // *Materials Chemistry and Physics*. 2021. Vol. 261. Article number 124232. DOI: [10.1016/j.matchemphys.2021.124232](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124232).
- Xiong Y., Shen Y., He L., Yang Z., Song R. Stress corrosion cracking behavior of LSP/MAO treated magnesium alloy during SSRT in a simulated body fluid // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 822. Article number 153707. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.153707](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.153707).
- Xiong Y., Hu X., Weng Z., Song R. Stress Corrosion Resistance of Laser Shock Peening/Microarc Oxidation Reconstruction Layer Fabricated on AZ80 Magnesium Alloy in Simulated Body Fluid // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2020. Vol. 29. № 9. P. 5750–5756. DOI: [10.1007/s11665-020-05076-2](https://doi.org/10.1007/s11665-020-05076-2).
- Merson E.D., Poluyanov V.A., Myagkikh P.N., Vinogradov A.Yu. Effect of grain size on mechanical properties and hydrogen occluding capacity of pure magnesium and alloy MA14 subjected to stress-corrosion cracking // *Letters on Materials*. 2020. Vol. 10. № 1. P. 94–99. DOI: [10.22226/2410-3535-2020-1-94-99](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-1-94-99).
- Chen L., Blawert C., Yang J., Hou R., Wang X., Zheludkevich M.L., Li W. The stress corrosion cracking behaviour of biomedical Mg-1Zn alloy in synthetic or natural biological media // *Corrosion Science*. 2020. Vol. 175. Article number 108876. DOI: [10.1016/j.corsci.2020.108876](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108876).
- Gong X., Chen J., Yan H., Xia W., Su B., Yu Z., Yin H. Effects of minor Sr addition on biocorrosion and stress corrosion cracking of as-cast Mg-4Zn alloys // *Corrosion*. 2020. Vol. 76. № 1. P. 71–81. DOI: [10.5006/3341](https://doi.org/10.5006/3341).
- Kappes M., Iannuzzi M., Carranza R.M. Hydrogen Embrittlement of Magnesium and Magnesium Alloys: A Review // *Journal of the Electrochemical Society*. 2013. Vol. 160. № 4. P. C168–C178. DOI: [10.1149/2.023304jes](https://doi.org/10.1149/2.023304jes).
- Wang S.D., Xu D.K., Wang B.J., Sheng L.Y., Qiao Y.X., Han E.-H., Dong C. Influence of phase dissolution and hydrogen absorption on the stress corrosion cracking behavior of Mg-7%Gd-5%Y-1%Nd-0.5%Zr alloy in 3.5 wt.% NaCl solution // *Corrosion Science*. 2018. Vol. 142. P. 185–200. DOI: [10.1016/j.corsci.2018.07.019](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.07.019).
- Prabhu D.B., Nampoothiri J., Elakkiya V., Narmadha R., Selvakumar R., Sivasubramanian R., Gopalakrishnan P., Ravi K.R. Elucidating the role of microstructural modification on stress corrosion cracking of biodegradable Mg-4Zn alloy in simulated body fluid // *Materials Science and Engineering C*. 2020. Vol. 106. Article number 110164. DOI: [10.1016/j.msec.2019.110164](https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110164).
- Bobby K.M., Dietzel W. Pitting-induced hydrogen embrittlement of magnesium-aluminium alloy // *Materials and Design*. 2012. Vol. 42. P. 321–326. DOI: [10.1016/j.matdes.2012.06.007](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.007).
- Jiang P., Blawert C., Bohlen J., Zheludkevich M.L. Corrosion performance, corrosion fatigue behavior and mechanical integrity of an extruded Mg₄Zn_{0.2}Sn alloy // *Journal of Materials Science and Technology*. 2020. Vol. 59. P. 107–116. DOI: [10.1016/j.jmst.2020.04.042](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.04.042).
- Kappes M., Iannuzzi M., Carranza R.M. Pre-exposure embrittlement and stress corrosion cracking of magnesium alloy AZ31B in chloride solutions // *Corrosion*. 2014. Vol. 70. № 7. P. 667–677. DOI: [10.5006/1172](https://doi.org/10.5006/1172).
- Chen K., Lu Y., Tang H., Gao Y., Zhao F., Gu X., Fan Y. Effect of strain on degradation behaviors of WE43, Fe and Zn wires // *Acta Biomaterialia*. 2020. Vol. 113. P. 627–645. DOI: [10.1016/j.actbio.2020.06.028](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2020.06.028).
- Stampella R.S., Procter R.P.M., Ashworth V. Environmentally-induced cracking of magnesium // *Corrosion Science*. 1984. Vol. 24. № 4. P. 325–341. DOI: [10.1016/0010-938X\(84\)90017-9](https://doi.org/10.1016/0010-938X(84)90017-9).
- Song R.G., Blawert C., Dietzel W., Atrens A. A study on stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of AZ31 magnesium alloy // *Materials Science and Engineering A*. 2005. Vol. 399. № 1-2. P. 308–317. DOI: [10.1016/j.msea.2005.04.003](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.04.003).
- Wang S.D., Xu D.K., Wang B.J., Sheng L.Y., Han E.H., Dong C. Effect of solution treatment on stress corrosion cracking behavior of an as-forged Mg-Zn-Y-Zr alloy // *Scientific Reports*. 2016. Vol. 6. Article number 29471. DOI: [10.1038/srep29471](https://doi.org/10.1038/srep29471).
- Jafari S., Raman R.K.S., Davies C.H.J. Stress corrosion cracking of an extruded magnesium alloy (ZK21) in a simulated body fluid // *Engineering Fracture Mechanics*. 2018. Vol. 201. P. 47–55. DOI: [10.1016/j.engfracmech.2018.09.002](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.09.002).
- Merson E., Poluyanov V., Myagkikh P., Merson D., Vinogradov A. Effect of strain rate and corrosion products on pre-exposure stress corrosion cracking in the ZK60 magnesium alloy // *Materials Science and Engineering A*. 2022. Vol. 830. Article number 142304. DOI: [10.1016/j.msea.2021.142304](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142304).
- Chakrapani D.G., Pugh E.N. Hydrogen embrittlement in a Mg-Al alloy // *Metallurgical Transactions A*. 1976. Vol. 7. № 2. P. 173–178. DOI: [10.1007/BF02644454](https://doi.org/10.1007/BF02644454).
- Merson E.D., Myagkikh P.N., Klevtsov G.V., Merson D.L., Vinogradov A. Effect of Hydrogen Concentra-

- tion and Strain Rate on Hydrogen Embrittlement of Ultra-Fine-Grained Low-Carbon Steel // *Advanced Structured Materials*. 2021. Vol. 143. P. 159–170 p. DOI: [10.1007/978-3-030-66948-5_10](https://doi.org/10.1007/978-3-030-66948-5_10).
22. Wu X.Q., Kim I.S. Effects of strain rate and temperature on tensile behavior of hydrogen-charged SA508 Cl.3 pressure vessel steel // *Materials Science and Engineering A*. 2003. Vol. 348. № 1-2. P. 309–318. DOI: [10.1016/s0921-5093\(02\)00737-2](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(02)00737-2).
 23. Merson E., Poluyanov V., Myagkikh P., Merson D., Vinogradov A. On the role of pre-exposure time and corrosion products in stress-corrosion cracking of ZK60 and AZ31 magnesium alloys // *Materials Science and Engineering A*. 2021. Vol. 806. Article number 140876. DOI: [10.1016/j.msea.2021.140876](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140876).
 24. Merson E., Poluyanov V., Myagkikh P., Merson D., Vinogradov A. Inhibiting stress corrosion cracking by removing corrosion products from the Mg-Zn-Zr alloy pre-exposed to corrosion solutions // *Acta Materialia*. 2021. Vol. 205. Article number 116570. DOI: [10.1016/j.actamat.2020.116570](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116570).
 25. Merson E., Myagkikh P., Poluyanov V., Merson D., Vinogradov A. On the role of hydrogen in stress corrosion cracking of magnesium and its alloys: Gas-analysis study // *Materials Science and Engineering A*. 2019. Vol. 748. P. 337–346. DOI: [10.1016/j.msea.2019.01.107](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.01.107).
 26. Li H., Fu M. Damage Evolution and Ductile Fracture // *Deformation-Based Processing of Materials. Behavior, Performance, Modeling, and Control*. 2019. P. 85–136. DOI: [10.1016/B978-0-12-814381-0.00003-0](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814381-0.00003-0).
- ## REFERENCES
1. Dubey D., Kadali K., Panda S., Kumar A., Jain J., Mondal K., Singh S. Comparative study on the stress corrosion cracking susceptibility of AZ80 and AZ31 magnesium alloys. *Materials Science and Engineering A*, 2020, vol. 792, article number 139793. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139793](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139793).
 2. He L., Yang J., Xiong Y., Song R. Effect of solution pH on stress corrosion cracking behavior of modified AZ80 magnesium alloy in simulated body fluid. *Materials Chemistry and Physics*, 2021, vol. 261, article number 124232. DOI: [10.1016/j.matchemphys.2021.124232](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2021.124232).
 3. Xiong Y., Shen Y., He L., Yang Z., Song R. Stress corrosion cracking behavior of LSP/MAO treated magnesium alloy during SSRT in a simulated body fluid. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 822, article number 153707. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.153707](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.153707).
 4. Xiong Y., Hu X., Weng Z., Song R. Stress Corrosion Resistance of Laser Shock Peening/Microarc Oxidation Reconstruction Layer Fabricated on AZ80 Magnesium Alloy in Simulated Body Fluid. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2020, vol. 29, no. 9, pp. 5750–5756. DOI: [10.1007/s11665-020-05076-2](https://doi.org/10.1007/s11665-020-05076-2).
 5. Merson E.D., Poluyanov V.A., Myagkikh P.N., Vinogradov A.Yu. Effect of grain size on mechanical properties and hydrogen occluding capacity of pure magnesium and alloy MA14 subjected to stress-corrosion cracking. *Letters on Materials*, 2020, vol. 10, no. 1, pp. 94–99. DOI: [10.22226/2410-3535-2020-1-94-99](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2020-1-94-99).
 6. Chen L., Blawert C., Yang J., Hou R., Wang X., Zheludkevich M.L., Li W. The stress corrosion cracking behaviour of biomedical Mg-1Zn alloy in synthetic or natural biological media. *Corrosion Science*, 2020, vol. 175, article number 108876. DOI: [10.1016/j.corsci.2020.108876](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108876).
 7. Gong X., Chen J., Yan H., Xia W., Su B., Yu Z., Yin H. Effects of minor Sr addition on biocorrosion and stress corrosion cracking of as-cast Mg-4Zn alloys. *Corrosion*, 2020, vol. 76, no. 1, pp. 71–81. DOI: [10.5006/3341](https://doi.org/10.5006/3341).
 8. Kappes M., Iannuzzi M., Carranza R.M. Hydrogen Embrittlement of Magnesium and Magnesium Alloys: A Review. *Journal of the Electrochemical Society*, 2013, vol. 160, no. 4, pp. C168–C178. DOI: [10.1149/2.023304jes](https://doi.org/10.1149/2.023304jes).
 9. Wang S.D., Xu D.K., Wang B.J., Sheng L.Y., Qiao Y.X., Han E.-H., Dong C. Influence of phase dissolution and hydrogen absorption on the stress corrosion cracking behavior of Mg-7%Gd-5%Y-1%Nd-0.5%Zr alloy in 3.5 wt.% NaCl solution. *Corrosion Science*, 2018, vol. 142, pp. 185–200. DOI: [10.1016/j.corsci.2018.07.019](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.07.019).
 10. Prabhu D.B., Nampoothiri J., Elakkiya V., Narmadha R., Selvakumar R., Sivasubramanian R., Gopalakrishnan P., Ravi K.R. Elucidating the role of microstructural modification on stress corrosion cracking of biodegradable Mg-4Zn alloy in simulated body fluid. *Materials Science and Engineering C*, 2020, vol. 106, article number 110164. DOI: [10.1016/j.msec.2019.110164](https://doi.org/10.1016/j.msec.2019.110164).
 11. Bobby K.M., Dietzel W. Pitting-induced hydrogen embrittlement of magnesium-aluminium alloy. *Materials and Design*, 2012, vol. 42, pp. 321–326. DOI: [10.1016/j.matdes.2012.06.007](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.06.007).
 12. Jiang P., Blawert C., Bohlen J., Zheludkevich M.L. Corrosion performance, corrosion fatigue behavior and mechanical integrity of an extruded Mg4Zn0.2Sn alloy. *Journal of Materials Science and Technology*, 2020, vol. 59, pp. 107–116. DOI: [10.1016/j.jmst.2020.04.042](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.04.042).
 13. Kappes M., Iannuzzi M., Carranza R.M. Pre-exposure embrittlement and stress corrosion cracking of magnesium alloy AZ31B in chloride solutions. *Corrosion*, 2014, vol. 70, no. 7, pp. 667–677. DOI: [10.5006/1172](https://doi.org/10.5006/1172).
 14. Chen K., Lu Y., Tang H., Gao Y., Zhao F., Gu X., Fan Y. Effect of strain on degradation behaviors of WE43, Fe and Zn wires. *Acta Biomaterialia*, 2020, vol. 113, pp. 627–645. DOI: [10.1016/j.actbio.2020.06.028](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2020.06.028).
 15. Stampella R.S., Procter R.P.M., Ashworth V. Environmentally-induced cracking of magnesium. *Corrosion Science*, 1984, vol. 24, no. 4, pp. 325–341. DOI: [10.1016/0010-938X\(84\)90017-9](https://doi.org/10.1016/0010-938X(84)90017-9).
 16. Song R.G., Blawert C., Dietzel W., Atrens A. A study on stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of AZ31 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering A*, 2005, vol. 399, no. 1-2, pp. 308–317. DOI: [10.1016/j.msea.2005.04.003](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.04.003).
 17. Wang S.D., Xu D.K., Wang B.J., Sheng L.Y., Han E.H., Dong C. Effect of solution treatment on stress corrosion cracking behavior of an as-forged Mg-Zn-Y-Zr alloy. *Scientific Reports*, 2016, vol. 6, article number 29471. DOI: [10.1038/srep29471](https://doi.org/10.1038/srep29471).
 18. Jafari S., Raman R.K.S., Davies C.H.J. Stress corrosion cracking of an extruded magnesium alloy (ZK21) in a simulated body fluid. *Engineering Fracture Mechanics*, 2018, vol. 201, pp. 47–55. DOI: [10.1016/j.engfracmech.2018.09.002](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.09.002).
 19. Merson E., Poluyanov V., Myagkikh P., Merson D., Vinogradov A. Effect of strain rate and corrosion products on pre-exposure stress corrosion cracking in the ZK60 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering A*, 2022, vol. 830, article number 142304. DOI: [10.1016/j.msea.2021.142304](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142304).

20. Chakrapani D.G., Pugh E.N. Hydrogen embrittlement in a Mg-Al alloy. *Metallurgical Transactions A*, 1976, vol. 7, no. 2, pp. 173–178. DOI: [10.1007/BF02644454](https://doi.org/10.1007/BF02644454).
21. Merson E.D., Myagkikh P.N., Klevtsov G.V., Merson D.L., Vinogradov A. Effect of Hydrogen Concentration and Strain Rate on Hydrogen Embrittlement of Ultra-Fine-Grained Low-Carbon Steel. *Advanced Structured Materials*, 2021, vol. 143, pp. 159–170 p. DOI: [10.1007/978-3-030-66948-5_10](https://doi.org/10.1007/978-3-030-66948-5_10).
22. Wu X.Q., Kim I.S. Effects of strain rate and temperature on tensile behavior of hydrogen-charged SA508 Cl.3 pressure vessel steel. *Materials Science and Engineering A*, 2003, vol. 348, no. 1-2, pp. 309–318. DOI: [10.1016/s0921-5093\(02\)00737-2](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(02)00737-2).
23. Merson E., Poluyanov V., Myagkikh P., Merson D., Vinogradov A. On the role of pre-exposure time and corrosion products in stress-corrosion cracking of ZK60 and AZ31 magnesium alloys. *Materials Science and Engineering A*, 2021, vol. 806, article number 140876. DOI: [10.1016/j.msea.2021.140876](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140876).
24. Merson E., Poluyanov V., Myagkikh P., Merson D., Vinogradov A. Inhibiting stress corrosion cracking by removing corrosion products from the Mg-Zn-Zr alloy pre-exposed to corrosion solutions. *Acta Materialia*, 2021, vol. 205, article number 116570. DOI: [10.1016/j.actamat.2020.116570](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.116570).
25. Merson E., Myagkikh P., Poluyanov V., Merson D., Vinogradov A. On the role of hydrogen in stress corrosion cracking of magnesium and its alloys: Gas-analysis study. *Materials Science and Engineering A*, 2019, vol. 748, pp. 337–346. DOI: [10.1016/j.msea.2019.01.107](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.01.107).
26. Li H., Fu M. Damage Evolution and Ductile Fracture. *Deformation-Based Processing of Materials. Behavior, Performance, Modeling, and Control*, 2019, pp. 85–136. DOI: [10.1016/B978-0-12-814381-0.00003-0](https://doi.org/10.1016/B978-0-12-814381-0.00003-0).

Strain rate sensitivity of mechanical properties of the ZK60 alloy with the high degree of corrosion damage

© 2023

Evgeny D. Merson^{*1}, PhD (Physics and Mathematics),

senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies

Vitaly A. Poluyanov², PhD (Engineering), junior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies

Pavel N. Myagkikh³, junior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies

Dmitry L. Merson⁴, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),

Professor, Director of the Research Institute of Advanced Technologies

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: Mersoned@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7063-088X>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0570-2584>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7530-9518>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Received 19.09.2022

Accepted 31.10.2022

Abstract: There is a strong belief that hydrogen absorbed by magnesium alloys during corrosion can cause their stress corrosion cracking. One of the characteristic markers indicating the involvement of diffusible hydrogen into the fracture mechanism of metals is the negative strain rate dependence of the embrittlement degree. Recent studies show that the loss of ductility of the ZK60 alloy specimens subjected to a short-term (1.5 h) pre-exposure in a corrosive medium actually decreases with the increasing strain rate. However, after the removal of corrosion products from the surface of the specimens, the strain rate dependence of the ductility loss becomes positive, which indicates the absence of hydrogen in the bulk of the metal. At short-term exposure in a corrosive environment, the deep penetration of hydrogen into a metal could be limited due to the insufficient time for hydrogen diffusion. The paper studies the mechanical behavior of the ZK60 alloy subjected to a longer (12 h) pre-exposure in a corrosive medium followed by tensile testing in air at various strain rates. The authors consider the effect of strain rate, long-term pre-exposure in a corrosive medium, and subsequent removal of corrosion products on the strength, ductility, stages of work hardening, and localized deformation, as well as on the state of the side and fracture surfaces of specimens. It is established that the ductility loss of the specimens pre-exposed in a corrosive medium for 12 h decreases with the increasing strain rate, regardless of whether the corrosion products have been removed from their surface or not. It is shown that in this case, the negative strain rate dependence of the ductility loss is associated not with hydrogen dissolved in the bulk of a metal but with the presence of severe corrosion damage of the specimens' surface. An explanation for the effect of corrosion damage on the mechanical properties and their strain rate sensitivity is proposed.

Keywords: magnesium alloys; ZK60 alloy; stress corrosion cracking; corrosion; strain rate; mechanical properties.

Acknowledgments: The research was financially supported by the Russian Science Foundation within the scientific project No. 18-19-00592.

For citation: Merson E.D., Poluyanov V.A., Myagkikh P.N., Merson D.L. Strain rate sensitivity of mechanical properties of the ZK60 alloy with the high degree of corrosion damage. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 1, pp. 45–55. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-1-45-55](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-1-45-55).

Статистические зависимости влияния времени воздействия ультразвука на прочность и другие параметры сварного соединения полипропилена

© 2023

*Мурашкин Сергей Викторович*¹, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»
Селиванов Александр Сергеевич^{*2}, кандидат технических наук,
директор института машиностроения
*Спиридонов Николай Германович*³, аспирант,
ассистент кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»
*Савина Елена Борисовна*⁴, магистр

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: selivas@inbox.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9613-7313>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5267-0629>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2283-0104>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6312-6431>

Поступила в редакцию 30.06.2022

Принята к публикации 21.03.2023

Аннотация: Полипропилен является одним из наиболее востребованных термопластичных материалов, применяемых в промышленности. Для изготовления изделий из данного материала зачастую применяется способ ультразвуковой сварки. Однако, несмотря на большое количество научных работ, влияние некоторых параметров режима ультразвуковой сварки на прочностные характеристики соединений полипропилена остается неизученным. В работе представлены результаты экспериментальных исследований контактной точечной ультразвуковой сварки пластин толщиной 3 мм из полипропилена марки 01003-26. Рассмотрен процесс постепенного внедрения рабочего торца ультразвукового инструмента в полипропилен до глубины, равной общей толщине свариваемых пластин. Получены статистические зависимости глубины внедрения торца инструмента в материал и усилия отрыва материала от времени воздействия ультразвука. Определено влияние глубины внедрения рабочего торца ультразвукового инструмента на усилие отрыва сваренных образцов. Обнаружено значительное увеличение усилия отрыва с 150 до 400 Н при глубине внедрения инструмента свыше 3,5 мм, обусловленное ростом номинальной площади взаимного перемешивания материала между свариваемыми пластинами, вызванного затеканием расплавленного материала в зазор. Предложена гипотеза о течении расплавленного материала в сторону, противоположную направлению внедрения рабочего инструмента, путем формирования бегущих волн Релея. Однако ее подтверждение требует проведения дополнительных исследований влияния параметров режима ультразвуковой сварки и величины зазора между соединяемыми деталями на скорость затекания расплавленного материала в зазор.

Ключевые слова: ультразвуковая сварка пластмасс; полипропилен; прочность сварного соединения; рабочая часть сварочного инструмента; время ультразвуковой сварки; глубина внедрения торца ультразвукового инструмента.

Для цитирования: Мурашкин С.В., Селиванов А.С., Спиридонов Н.Г., Савина Е.Б. Статистические зависимости влияния времени воздействия ультразвука на прочность и другие параметры сварного соединения полипропилена // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 1. С. 57–67. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-57-67.

ВВЕДЕНИЕ

Сегодня различные полимерные материалы за счет ряда своих технико-экономических показателей все активнее начинают вытеснять металлы. Прежде всего, речь идет о значительной коррозионной стойкости, высоких механических свойствах при относительно малой плотности и более низкой, чем у металлов и сплавов, стоимости [1; 2]. По масштабам производства среди термопластичных полимерных материалов, которые характеризуются способностью переходить при нагреве в вязкотекучее и затем жидкотекучее состояние, ведущее место занимают полиолефины. В эту группу входят полиэтилен низкой и высокой плотности, полипропилен и др. По темпам роста объема производства эти материалы превосходят все другие полимерные материалы, и в настоящее время в мировом производстве полиэтилен занимает первое место, а полипропилен –

четвертое [3]. Массовое использование полиолефинов для изготовления различных изделий предполагает совершенствование технологических процессов их соединения. Ультразвуковая сварка полимерных материалов остается одним из наиболее востребованных способов соединения деталей при сборке изделий и строительных конструкций [4; 5].

Однако из-за сложности ультразвукового оборудования и незнания влияния различных параметров режима сварки и дополнительных факторов (времени сварки, сварочного усилия, материала подложки, времени выдержки, формы энергетического концентратора и т. д.) на прочностные характеристики получаемого соединения производители пластиковых изделий из полипропилена и полиэтилена сталкиваются с проблемами определения оптимальных режимов ультразвуковой сварки, которые бы обеспечили требуемые показатели прочности готовой продукции.

На поиск оптимальных режимов ультразвуковой сварки полипропилена направлены исследования, представленные в [6]. Авторы подчеркивают влияние переменных параметров сварки, а именно времени сварки, времени выдержки и амплитуды колебаний, на прочностные характеристики образцов полипропилена марки Н110МА. По результатам экспериментов определены оптимальные значения технологических переменных, позволяющие обеспечить максимальную прочность на отрыв: время сварки – 1200 мс, время выдержки – 900 мс, амплитуда колебаний – 75 %.

В [7] были найдены оптимальные режимы для ультразвуковой сварки полипропилена, наполненного 10 % стекловолокна. Результаты экспериментов показали, что максимальное разрушающее усилие около 2,3 кН достигается при сварочном усилии в 1,5 бар, амплитуде колебаний 32 микрона и времени сварки 0,4 с.

Авторы работы [8] исследуют влияние амплитуды и времени сварки на прочностные характеристики полипропилена, утверждая, что они являются наиболее важными параметрами прочности сварного шва. Ультразвуковая сварка образцов происходила с применением пирамидального энергетического концентратора, что позволило обеспечить прочность сварного шва на сдвиг, равный 22,36 МПа (319 % исходной прочности).

Авторы [9] утверждают, что именно форма энергетического концентратора в наибольшей степени влияет на прочность соединения, а пирамидальный энергетический концентратор позволяет получать наиболее прочные соединения из чистого полипропилена.

В работе [10] авторы заявляют, что основными факторами, влияющими на прочность сварного соединения из полипропилена, являются время сварки и сварочное усилие. По результатам экспериментов было установлено, что время сварки меньше 2 с и сварочное усилие меньше 2 Н не обеспечивают получение монолитного соединения, а время сварки 8 с и сварочное усилие в 8 Н приводит к образованию в сварном шве пор и дефектов. Оптимальными режимами для ультразвуковой сварки образцов из полипропилена толщиной 4 мм являются: время сварки – 4–6 с, сварочное усилие – 5–7 Н.

Авторы [11] считают, что уровень ухудшения механических и термических свойств изделий из полипропилена после ультразвуковой сварки зависит от изменения кристаллической структуры, температуры стеклования и потери массы, так как во время плавления полипропилен претерпевает кристаллические переориентации. В результате образуется фаза, имеющая промежуточный кристаллический порядок и отличающаяся от нормальной фазы. После сварки полипропилена значения температуры стеклования имеют тенденцию к изменению от 5 до 10 К/мин.

Исследования, позволяющие более подробно понять степень воздействия ультразвуковых колебаний на структуру полипропилена, представлены в работе [12]. Авторами установлено, что после ультразвуковой сварки прочность сварных соединений после 300–600 ч старения достигает 90–100 % от прочности основного материала. Однако наблюдается существенная нестабильность прочности, что прослеживается даже на одном изделии, когда прочность различных участков шва колеблется в пределах от 50 до 100 % прочности основного материала. Это объясняется сложными волновыми

процессами при распространении ультразвука в свариваемых пластмассовых деталях, что приводит к неравномерному изменению структуры материала шва [13].

Более подробный анализ воздействия ультразвуковых колебаний на формирование сварного соединения из полипропилена современными методиками, такими как дифференциальная сканирующая калориметрия, термогравиметрический анализ, инфракрасная спектроскопия с преобразованием Фурье и сканирующая электронная микроскопия, был проведен в [14]. Анализ степени растяжения образцов после ультразвуковой сварки позволил сделать вывод, что увеличение основных параметров процесса (давления, времени и амплитуды колебаний) приводит к повышению прочности шва, однако было отмечено снижение пластичности. Путем сканирующей электронной микроскопии было выявлено образование пустот, тесно коррелирующее с амплитудой колебаний.

В работах [15–17] приведены доказательства, что прочность сварного соединения при ультразвуковой сварке напрямую зависит от количества расплава, находящегося между контактными поверхностями. При этом количество расплава определяется целым комплексом режимов ультразвуковой сварки и зависит от амплитуды и частоты колебаний, сварочного усилия, глубины внедрения торца волновода в материал, времени воздействия ультразвука и других параметров [18].

Исходя из анализа научных публикаций, можно сделать вывод, что в литературе хорошо изучено влияние времени сварки, амплитуды колебаний, сварочного усилия, геометрии энергетического концентратора на прочностные характеристики образцов из полипропилена и структуру получаемого шва. Все эти факторы напрямую определяют количество расплава, образующегося между деталями в процессе сварки. Однако на количество расплава в зазоре оказывает влияние и глубина внедрения торца рабочего инструмента, которая напрямую зависит от времени воздействия ультразвука. Данный вопрос не освещен в научной литературе.

Цель исследования – повышение прочности сварных соединений полипропилена, полученных в процессе ультразвуковой сварки, путем регулировки времени воздействия ультразвука на зону сварки и глубины внедрения торца сварочного волновода в полипропилен.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Ультразвуковую сварку образцов проводили с помощью технологического комплекса ультразвуковой сварки пластмасс, состоящего из устройства для сварки и ультразвукового генератора УЗГ-2М. Устройство для ультразвуковой сварки состоит из ультразвуковой колебательной системы (УЗКС), размещенной внутри металлической гильзы. УЗКС содержит магнитострикционный преобразователь электрической энергии в энергию механических продольных колебаний и ультразвуковой волновод, жестко связанный с торцом преобразователя. Рабочая часть ультразвукового волновода имеет вид цилиндрического стержня с плоским торцом диаметром 5 мм.

Технологический комплекс ультразвуковой сварки устанавливали на универсально-фрезерном станке FHV-50PD с помощью специально разработанной оснастки. Оснастка включает в себя:

– приспособление для ориентирования и фиксации образцов-пластин во время УЗС, выполненное в виде призмы с квадратным основанием, на верхнем торце которой расположены два взаимно перпендикулярных паза-ложемента для образцов-пластин;

– приспособление для крепления устройства УЗС на пиноль станка представляет собой кронштейн, имеющий два клеммовых зажима для зажима пиноли и устройства УЗС соответственно;

– приспособление для создания постоянного статического давления рабочего торца ультразвукового волновода на зону сварки включает в себя калиброванный груз, подвешенный к штурвалу рычажно-реечного механизма шпиндельной головки станка;

– приспособление для измерения силы прижима рабочего торца ультразвукового волновода к контактной поверхности образцов-пластин состоит из пружины 7039-2023 по ГОСТ 13165-1967 и прямоугольной призмы с глухим цилиндрическим отверстием, расположенным в центре одной из ее граней.

Пружину при калибровке устанавливали в отверстие призмы до упора. Результатом калибровки является уравнение прямой вида

$$\Delta(F) = b \cdot F, \quad (1)$$

где $\Delta(F)$ – зависимость деформации от силы сжатия пружины;

b – коэффициент пропорциональности, $b=0,122$ мм/Н;

F – сила сжатия пружины, Н.

В качестве образцов использовали пластины прямоугольной формы, вырезанные из листового полипропилена 01003-26 толщиной 3 мм по ГОСТ 26996-1986 (рис. 1).

Контактную точечную ультразвуковую сварку образцов внахлест осуществляли по схеме, представленной на рис. 2.

Цикл сварки состоял из последовательного выполнения следующих действий:

– приложение постоянного статического давления $P_{ст}$, равного $1,32 \pm 0,10$ МПа, что соответствует силе F сжатия пружины, равной 26 ± 2 Н;

– выдержка в течение 3 с для предварительного сжатия образцов-пластин под давлением $P_{ст}$;

– включение УЗК (не снимая давления);

– выключение УЗК через время $t_{н}=1,2 \dots 3,6$ с;

– выдержка образца сварного соединения под давлением $P_{ст}$ в течение 3 с;

– снятие статического давления $P_{ст}$.

Статическое давление $P_{ст}$ прикладывается до включения УЗК (время предварительного сжатия $t_{п}$ равно 3 с), считается постоянным в течение всего сварочного цикла и снимается с запаздыванием на t_3 . Время запаздывания равно 3 с. Время воздействия ультразвука $t_{н}$ варьируется в пределах от 1,2 до 3,6 с.

Перед первым циклом и через каждые 15 циклов УЗС измеряли деформацию сжатия пружины и при помощи уравнения (1) вычисляли величину силы прижима, которую контролировали в заданных пределах 26 ± 2 Н.

Образцы-пластины, имеющие с двух сторон глянцевые (с низкой шероховатостью) плоские поверхности (рис. 1) устанавливали в соответствующие ложементы (рис. 3), равномерно закрепляли и прижимали друг к другу при помощи винтов.

Режим УЗС: выходная мощность генератора 330 ± 10 Вт, амплитуда и частота колебаний 67 ± 3 мкм и 21915 ± 5 Гц соответственно, сила прижатия рабочего торца сварочного инструмента (СИ) к образцам прикладывалась в направлении, перпендикулярном плоскости их разреза, и поддерживалась в пределах 26 ± 2 Н при помощи калиброванного груза, подвешенного к штурвалу рычажно-реечного механизма шпиндельной головки станка. После каждого выполненного цикла контролировали

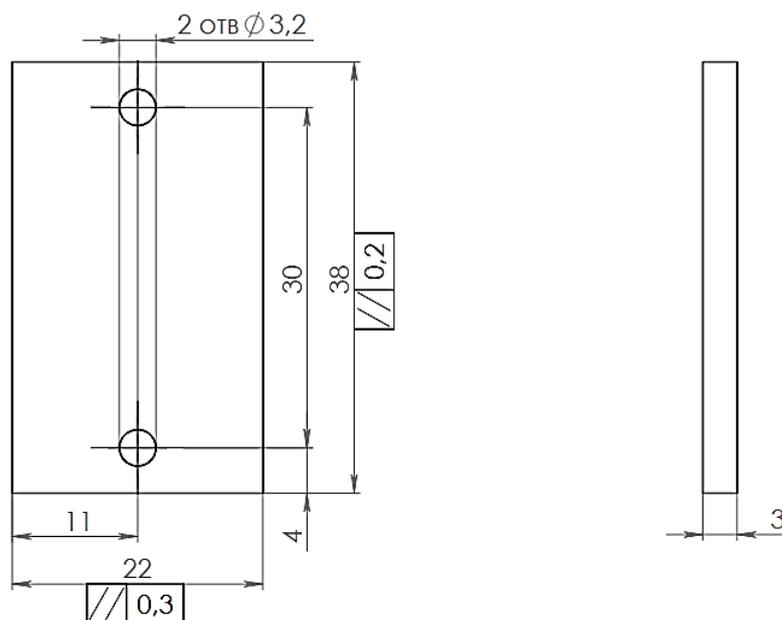


Рис. 1. Образец-пластина

Fig. 1. A sample plate

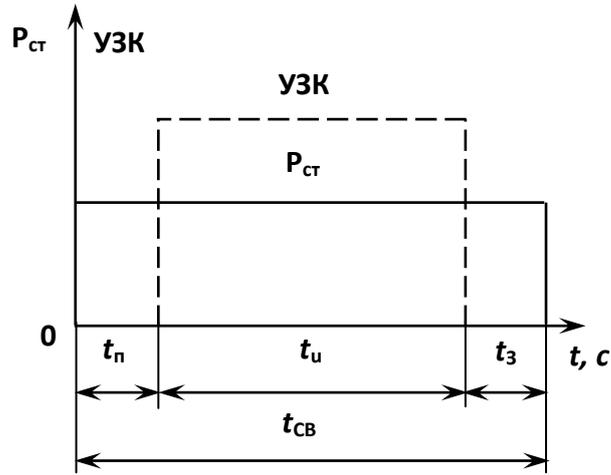


Рис. 2. Рабочий цикл УЗС «статическое давление – ультразвук»:

$P_{ст}$ – статическое давление; УЗК – ультразвуковые колебания; $t_{п}$ – время предварительного сжатия образцов; $t_{и}$ – время воздействия УЗК; t_3 – время задержки снятия статического давления; $t_{св}$ – время сварки

Fig. 2. “Static pressure – ultrasound” USW working cycle:

$P_{ст}$ – static pressure; УЗК – the ultrasonic vibrations; $t_{п}$ – the time of preliminary pressing of samples; $t_{и}$ – the ultrasonic vibration exposure time; t_3 – the static pressure-off delay time; $t_{св}$ – the welding time

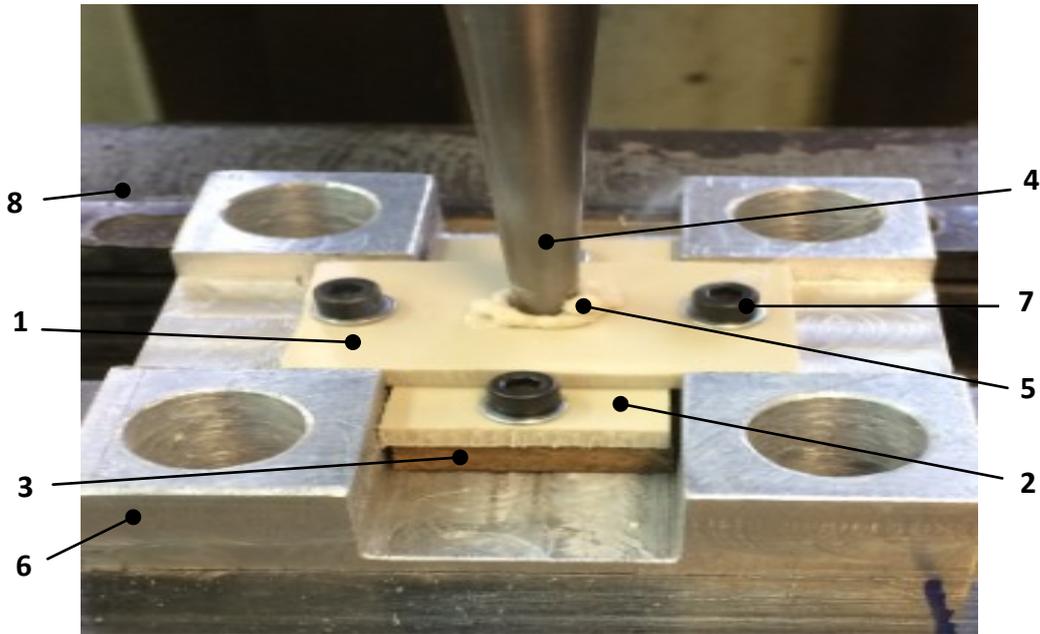


Рис. 3. Создание образца сварного соединения полипропилена на фрезерном станке:

1 и 2 – верхний и нижний образцы-пластины соответственно; 3 – термоизоляционная подкладка; 4 – сварочный инструмент; 5 – наплыв выдавленного расплава;

6 – призма ложементов; 7 – винты и шайбы для крепления образцов; 8 – тиски станочные

Fig. 3. The creation of a sample of a polypropylene welded joint on a milling machine:

1 and 2 – the upper and lower plates-samples respectively; 3 – the heat insulating substrate;

4 – the welding tool; 5 – the overlap of a pressed-out melt; 6 – the lodgments’ prism; 7 – screws and washers for sample fixation; 8 – the machine-tool clamps

температуру поверхности СИ, погружая его на 2 мин в емкость с холодной водой, затем обдували сжатым воздухом при температуре 22 ± 2 °С и протирали салфеткой. Время воздействия ультразвука на зону сварки устанавливали по таймеру генератора в диапазоне 1,2...3,6 с с шагом, равным 0,2 с. При каждом значении времени выполняли пять экспериментов (создавали пять образцов сварного соединения). Образцы соединений по мере их создания (рис. 3) маркировали арабскими цифрами и подготавливали к измерению глубины внедрения рабочего торца волновода в полипропилен.

Измерение глубины внедрения ультразвукового волновода в материал выполняли при помощи стойки, оснащенной измерительными головками типа С-IV ГОСТ 10197-1970 согласно схеме (рис. 4). Толщину H сварного соединения измеряли толщиномером ABSOLUTE Digimatic 547-401, имеющим диапазон измерений от 0 до 12 мм, разрешение 1 мкм и погрешность ± 3 мкм.

Величину глубины внедрения волновода в материал определяли по формуле (рис. 4)

$$h = H - c,$$

где h – глубина внедрения рабочего торца СИ в полипропилен, мм;

H – общая толщина пластин, входящих в сварное соединение, мм;

c – толщина «дна», мм.

Испытание сваренных образцов на разрыв проводили в соответствии с ГОСТ Р 55142-2012 после их выдержки в течение 24 ч для завершения процесса полимеризации материала. Испытания выполняли на разрывной испытательной машине модели 5966 фирмы Instron (США), оснащенной датчиком силы с пределом измерения 10 кН и допускаемой погрешностью измерений $\pm 0,5$ %. При этом придерживались следующей последовательности:

– испытуемые образцы кондиционировали не менее 4 ч по ГОСТ 12423-2013 при температуре (23 ± 2) °С и относительной влажности (50 ± 5) %;

– образец сварного соединения крепили в приспособлении (рис. 5) и устанавливали в испытательную машину так, чтобы верхняя и нижняя зажимные пластины были прижаты губками соответствующих зажимов машины;

– образец нагружали растягивающим усилием в направлении, перпендикулярном плоскости разъема пластин сварного соединения, со скоростью 1 мм/мин до полного отрыва пластин друг от друга;

– фиксировали максимальное усилие, затраченное на разрушение образца сварного соединения;

– определяли тип разрушения по ГОСТ Р 58121.3-2018.

Статистическую обработку результатов измерений выполняли по ГОСТ 14359-1969 с применением программного обеспечения STATISTICA. Для аппроксимации результатов эксперимента и получения аналитических зависимостей использовали MATHCAD.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 6 представлены результаты экспериментальных исследований зависимости глубины внедрения торца ультразвукового инструмента и усилия отрыва материала от времени воздействия ультразвука. Как следует из рисунка, глубина внедрения торца инструмента пропорциональна времени воздействия ультразвука на свариваемые материалы и определяется в основном временем расплавления материала и его вытеснения под действием усилия подачи ультразвукового инструмента. Зависимость усилия отрыва материала от времени воздействия ультразвука носит иной характер и не является линейной.

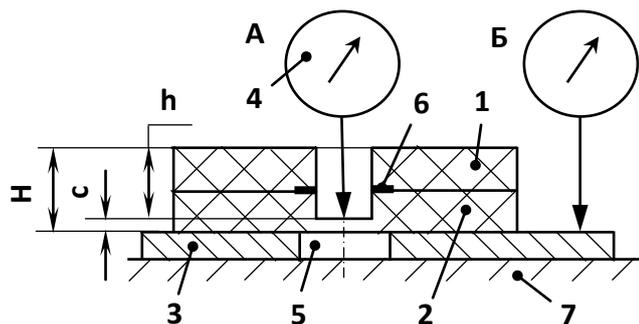


Рис. 4. Схема измерения толщины «дна» при помощи стойки типа С-IV:

1 и 2 – верхняя и нижняя пластины сварного соединения соответственно;

3 – металлическая плоскопараллельная пластина;

4 – индикаторная головка типа ИЧ-10, жестко закрепленная на стойке типа С-IV; 5 – отверстие в пластине;

6 – сварной шов; 7 – опорный столик стойки типа С-IV; H – общая толщина пластин в сварном соединении;

h – глубина внедрения рабочего торца СИ; c – толщина «дна»; А – положение измерения; Б – положение установки «нуля»

Fig. 4. The scheme for measuring the thickness of the “bottom” using a C-IV type stand:

1 and 2 – the upper and lower welded joint plates respectively; 3 – the metal plane-parallel plate;

4 – ICh-10 type detecting head rigidly fixed on the C-IV type stand; 5 – a hole in the plate;

6 – a welded joint; 7 – the support table of the C-IV type stand;

H – total thickness of the plates in a welded joint; h – the depth of WT working face penetration; c – the “bottom” thickness;

A – measurement location; Б – the location of “zero” setting

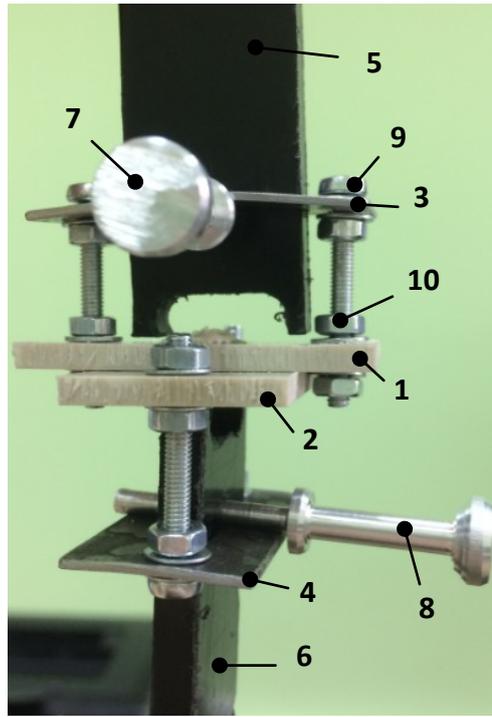


Рис. 5. Приспособление для крепления образца сварного соединения на разрывную машину:

1 и 2 – верхняя и нижняя пластины сварного соединения соответственно;

3 и 4 – верхняя и нижняя опорные металлические пластины;

5 и 6 – верхняя и нижняя зажимные пластины;

7 и 8 – опорные пальцы; 9 – регулировочный винт; 10 – крепежные гайки

Fig. 5. A device for fixing a welded joint sample on a tensile testing machine:

1 and 2 – the upper and lower welded joint plates respectively;

3 and 4 – the upper and lower bearing metal plates; 5 and 6 – the upper and lower locking plates;

7 and 8 – the support pins; 9 – the adjusting screw; 10 – the anchor nuts

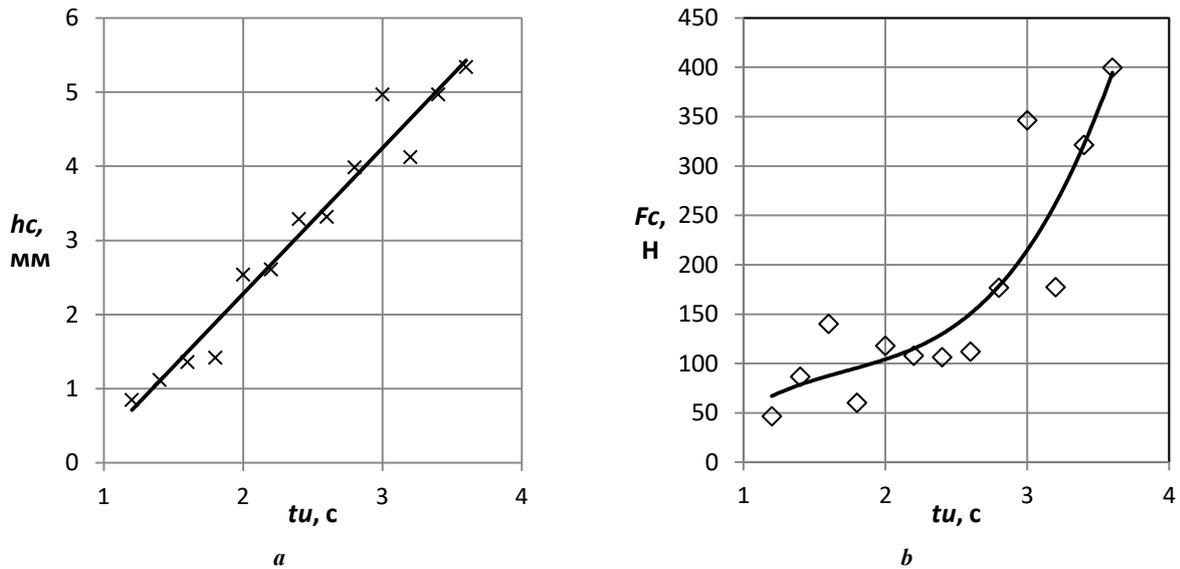


Рис. 6. Экспериментальные значения и аппроксимирующие их графические зависимости

глубины внедрения торца инструмента в материал (а)

и усилия отрыва материала (b) от времени воздействия ультразвука

Fig. 6. Experimental values and approximating them graphical dependences of the depth of tool face penetration into the material (a) and the force of material separation (b) on the ultrasound exposure time

На рис. 7 представлен график, построенный по экспериментальным значениям в координатах «усилие отрыва» – «глубина внедрения инструмента».

Как следует из анализа графика, при изменении глубины внедрения инструмента до 3,5 мм усилие отрыва материала меняется сравнительно плавно с 50 до 150 Н. При глубине внедрения инструмента свыше 3,5 мм наблюдается значительное увеличение усилия отрыва с 150 до 400 Н.

Во время испытаний было отмечено, что деформация в направлении приложения растягивающих усилий возрастает до предела текучести, затем почти сразу наступ

ает разрушение сварного соединения. Внешний вид и состояние образцов сварного соединения во время нагружения растягивающей силой в моменты ее максимального и минимального значений показаны на рис. 8. Из рисунка видно, что в момент приложения максимальной силы пластины сильно изогнулись (рис. 8 а).

Сварной шов деформируется, и с образованием шейки соединение разрушается. Тип разрушения пластический по всей поверхности отрыва. После отрыва растягивающее усилие исчезает, изгибные деформации снимаются, и пластины принимают первоначальное положение (рис. 8 б).

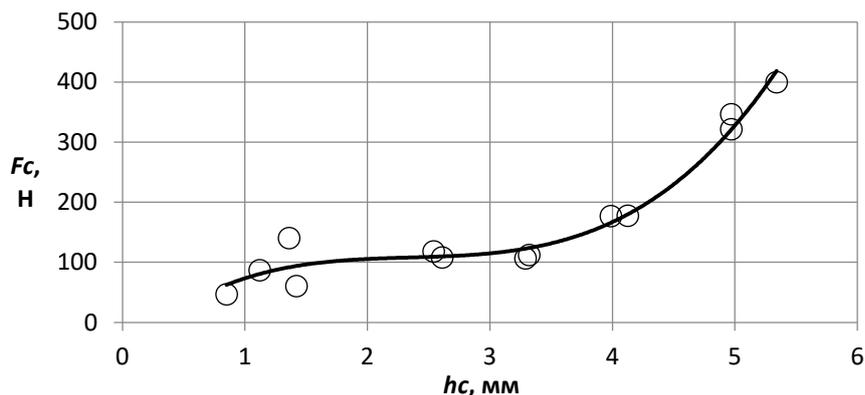


Рис. 7. Экспериментальные значения и аппроксимирующая их графическая зависимость усилия отрыва материала от глубины внедрения торца инструмента в материал при ультразвуковой сварке
Fig. 7. Experimental values and approximating them graphical dependence of the force of material separation on the depth of tool face penetration into the material during ultrasonic welding

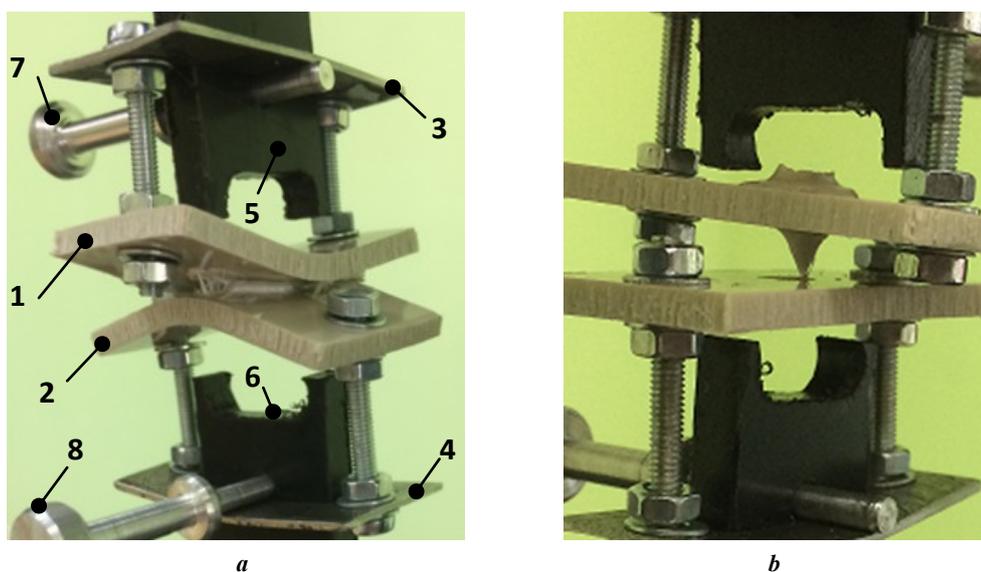


Рис. 8. Состояние образца при испытании:

а – в момент максимальной силы, отрывающей пластины сварного соединения друг от друга; **б** – в момент отрыва.

На рисунке: 1 и 2 – верхняя и нижняя пластины сварного соединения соответственно;

3 и 4 – верхняя и нижняя опорные металлические пластины; 5 и 6 – верхняя и нижняя зажимные пластины; 7 и 8 – опорные пальцы

Fig. 8. The state of the sample during testing:

a – at the moment of maximum force tearing the welded joint plates from each other; **b** – at the moment of tearing off.

In the figure: 1 and 2 – the upper and lower welded joint plates respectively; 3 and 4 – the upper and lower bearing metal plates;

5 and 6 – the upper and lower locking plates; 7 and 8 – the support pins

Объемная поверхность, по которой происходит разрушение сварного соединения в результате отрыва пластин друг от друга, визуально представляет собой совокупность множества выступов и впадин произвольной формы и размера.

На рис. 9 показан внешний вид поверхностей разрыва сварного соединения для образцов, когда глубина внедрения торца инструмента не превышает толщину пластины (рис. 9 а) и когда превышает (рис. 9 б). В первом случае глубина внедрения торца равна 2,64 мм, сила отрыва составляла 146,80 Н, а поверхность разрыва ограничена окружностью диаметром, практически равным диаметру торца СИ. Во втором случае глубина внедрения торца составляла 3,93 мм, сила отрыва равнялась 233,68 Н, а диаметр поверхности разрыва значительно больше. На рис. 9 б видны следы от течения расплава даже за пределы пластины.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Из анализа результатов следует, что с увеличением времени воздействия происходит повышение усилия отрыва, что обусловлено ростом номинальной площади взаимного перемешивания материала. Данный рост прочности сварных соединений был отмечен во многих работах [15–17], однако в них увеличение количества расплава происходит за счет применения энергетических концентраторов различной формы и размеров, которые повышают шероховатость соединяемых поверхностей [18; 19].

В нашем случае производилась ультразвуковая сварка полипропиленовых пластин с плоской глянцевой поверхностью контакта, имеющей низкую шероховатость. Учитывая, что толщины свариваемых образцов составляли 3 мм, а глубина внедрения инструмента более 5 мм, т. е. выше границы раздела образцов, увеличение площади

взаимного перемешивания, а соответственно и усилия отрыва, может быть обусловлено лишь течением расплавленного материала в зазор между контактными поверхностями соединяемых образцов в процессе сварки.

Полипропилен, хотя и является поликристаллическим материалом, очень мягкий и способен образовывать механическое поверхностное соединение даже при плохом плавлении [20]. Это обеспечивает хорошую адгезию расплавленного материала в зазоре между поверхностями пластин, и, следовательно, увеличение усилия отрыва. Исходя из этого, было бы очень полезно провести аналогичный эксперимент с использованием других материалов, например аморфного материала, такого как полистирол, и более твердого поликристаллического материала, такого как полифенилен-сульфид.

Кроме того, в работе не изучался вопрос влияния величины зазора между соединяемыми деталями на количество и распространение затекающего в него расплава материала, что представляет практический интерес с точки зрения сборки деталей перед ультразвуковой сваркой.

Течение расплавленного полипропилена вверх по стенкам рабочего инструмента в сторону, противоположную направлению его внедрения, и затекание материала в зазор между соединяемыми пластинами, по видимому, обусловлено снижением силы трения за счет высокочастотных колебаний, которые способствуют формированию поверхностных бегущих волн Релея. Наблюдаемое явление может применяться на практике для ультразвуковой сварки изделий из полипропилена без применения энергетических концентраторов, что упростит конструкцию соединяемых частей, и, следовательно, способы их изготовления. Однако данный вопрос требует более детального изучения и установления количественных зависимостей скорости течения материала от амплитуды, частоты колебаний и других параметров ультразвука.

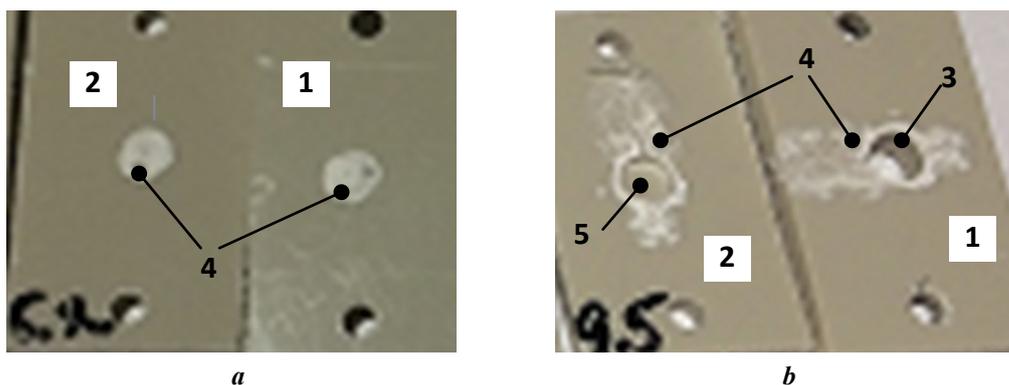


Рис. 9. Характерный вид поверхности разрыва сварного соединения после отрыва пластин друг от друга:

а – образец сварного соединения № 6.2 ($t_n=2,2$ с; $h=2,64$ мм; $F=146,80$ Н);

б – образец сварного соединения № 9.5 ($t_n=2,8$ с; $h=3,93$ мм; $F=233,68$ Н).

На рисунке: 1 и 2 – верхняя и нижняя пластины сварного соединения соответственно;

3 – поверхность сквозного отверстия, образовавшегося в результате внедрения торца СИ на глубину 3,93 мм;

4 – поверхности разрыва соединения; 5 – углубление в виде глухого отверстия

Fig. 9. Typical view of the welded joint fracture surface after separation of the plates from each other:

a – welded joint sample No. 6.2 ($t_n=2.2$ s; $h=2.64$ mm; $F=146.80$ N);

b – welded joint sample No. 9.5 ($t_n=2.8$ s; $h=3.93$ mm; $F=233.68$ N).

In the figure: 1 and 2 – the upper and lower welded joint plates respectively;

3 – the surface of a through hole formed as a result of WT face penetration to a depth of 3.93 mm;

4 – joint fracture surfaces; 5 – a dimple in the form of a recess hole

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Зависимость глубины внедрения торца ультразвукового инструмента прямо пропорциональна времени воздействия ультразвука при сварке полипропилена.

2. Зависимость усилия отрыва сварного соединения материалов, сваренных ультразвуком внахлест, от времени воздействия ультразвука имеет нелинейный характер и резко увеличивается при достижении определенного времени воздействия ультразвука.

3. При увеличении глубины внедрения торца инструмента до границы раздела пластин прочность сварного соединения плавно возрастает, а за границей раздела темп роста прочности повышается.

4. Прочность сварного соединения возрастает при увеличении количества расплава, находящегося между контактируемыми поверхностями пластин.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Волков С.С., Малолетков А.В., Коберник Н.В. Особенности образования сварных соединений при ультразвуковой сварке пластмасс // Сварочное производство. 2018. № 2. С. 50–55. EDN: [MIEUZF](#).
2. Волков С.С., Ремизов А.Л., Шестель Л.А. Разработка систем автоматического управления процессом ультразвуковой сварки пластмасс // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2017. № 12. С. 376–440. DOI: [10.18698/0536-1044-2017-12-37-44](#).
3. Комаров Г.В. Новые достижения в области сварки полимерных материалов // Полимерные материалы. 2017. № 9. С. 44–49.
4. Unnikrishnan T.G., Kavan P. A review study in ultrasonic-welding of similar and dissimilar thermoplastic polymers and its composites // Materials Today: Proceedings. 2022. Vol. 56. № 6. P. 3294–3300. DOI: [10.1016/j.matpr.2021.09.540](#).
5. Комаров Г.В. Некоторые тенденции в сварке полимерных материалов // Полимерные материалы. 2018. № 9. С. 56–59.
6. Rajput Ch., Kumari S., Prajapati V., Dinbandhu, Abhishek K. Experimental investigation on peel strength during ultrasonic welding of polypropylene H110MA // Materials Today: Proceedings. 2020. Vol. 26. № 2. P. 1302–1305. DOI: [10.1016/j.matpr.2020.02.259](#).
7. Nikoi R., Sheikhi M.M., Arab N.B.M. Experimental analysis of effects of ultrasonic welding on weld strength of polypropylene composite samples // International Journal of Engineering. 2015. Vol. 28. № 3. P. 447–453.
8. Raza S.F., Khan S.A., Mughal M.P. Optimizing the weld factors affecting ultrasonic welding of thermoplastics // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2019. Vol. 103. P. 2053–2067. DOI: [10.1007/s00170-019-03681-7](#).
9. Liu S.-J., Chang I.-T., Hung S.-W. Factors affecting the joint strength of ultrasonically welded polypropylene composites // Polymer Composites. 2004. Vol. 22. № 1. P. 132–141. DOI: [10.1002/pc.10525](#).
10. Fu X., Yuan X., Li G., Wu Y., Tong H., Kang S., Luo J., Pan Z., Lu W. A study on ultrasonic welding of thermoplastics with significant differences in physical properties under different process parameters // Materials Today Communications. 2022. Vol. 33. Article number 105009. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2022.105009](#).

11. Chinnadurai T., Prabakaran N., Mohan Raj N., Pandian M.K. Ultrasonically welded and non-welded polypropylene and PC-ABS blend thermal analysis // Journal of Thermal Analysis and Calorimetry. 2018. Vol. 132. P. 1813–1824. DOI: [10.1007/s10973-018-7052-y](#).
12. Мозговой И.В., Нелин А.Г., Давидан Г.М., Мозговой Е.И., Мозговой О.И. Исследование воздействия энергетических полей на полиэтилен // Омский научный вестник. 2006. № 10. С. 76–84. EDN: [HGKGXS](#).
13. Chinnadurai T., Arungalai Vendan S., Rusu C.C., Scutelnicu E. Experimental investigations on the polypropylene behavior during ultrasonic welding // Materials and Manufacturing Processes. 2018. Vol. 33. № 7. P. 718–726. DOI: [10.1080/10426914.2017.1303155](#).
14. Tao W., Su X., Wang H., Zhang Z., Li H., Chen J. Influence mechanism of welding time and energy director to the thermoplastic composite joints by ultrasonic welding // Journal of Manufacturing Processes. 2019. Vol. 37. P. 196–202. DOI: [10.1016/j.jmapro.2018.11.002](#).
15. Zhao T., Broek Ch., Palardy G., Fernandez Villegas I., Benedictus R. Towards robust sequential ultrasonic spot welding of thermoplastic composites: Welding process control strategy for consistent weld quality // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. 2018. Vol. 109. P. 355–367. DOI: [10.1016/j.compositesa.2018.03.024](#).
16. Волков С.С., Неровный В.М., Шестель Л.А. Влияние концентрации тепловой энергии на прочность поверхностей при ультразвуковой сварке пластмасс // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2018. № 1. С. 63–70. DOI: [10.18698/0536-1044-2018-1-63-70](#).
17. Клубович В.В., Клушин В.А., Хрущев Е.В., Марусич В.И. Исследование ультразвуковой сварки полимеров // Металлургия машиностроения. 2017. № 5. С. 31–40. EDN: [XFGRXL](#).
18. Волков С.С., Прилуцкий М.А. Влияние шероховатости свариваемых поверхностей на качество их соединения при ультразвуковой сварке разнородных пластмасс // Известия высших учебных заведений. Машиностроение. 2016. № 2. С. 53–58. EDN: [VKQDNV](#).
19. Marcus M., Wenning J., Parsons J., Savitski A. Comparative analysis of energy director styles on polybutylene terephthalate with servo-driven ultrasonic welder // SPE ANTEC Indianapolis. USA: JW Marriott Indianapolis, 2016. P. 1266–1273.
20. Marcus M., Cohn H., Drechsler J., Grodek D., Savitski A. Development of an approach to determine minimum amplitude required for ultrasonic welding // SPE ANTEC Indianapolis. USA: JW Marriott Indianapolis, 2017. P. 39–44.

REFERENCES

1. Volkov S.S., Maloletkov A.V., Kobernik N.V. Peculiarities of formation of welded joints in ultrasonic welding of plastics. *Svarochnoe proizvodstvo*, 2018, no. 2, pp. 50–55. EDN: [MIEUZF](#).
2. Volkov S.S., Remizov A.L., Shestel L.A. Developing systems for automatic control of the process of ultrasonic welding of plastic materials. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Mashinostroenie*, 2017, no. 12,

- pp. 376–440. DOI: [10.18698/0536-1044-2017-12-37-44](https://doi.org/10.18698/0536-1044-2017-12-37-44).
3. Komarov G.V. New progress in the field of welding polymeric materials. *Polimernye materialy*, 2017, no. 9, pp. 44–49.
 4. Unnikrishnan T.G., Kavan P. A review study in ultrasonic-welding of similar and dissimilar thermoplastic polymers and its composites. *Materials Today: Proceedings*, 2022, vol. 56, no. 6, pp. 3294–3300. DOI: [10.1016/j.matpr.2021.09.540](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.09.540).
 5. Komarov G.V. Some trends in welding polymeric materials. *Polimernye materialy*, 2018, no. 9, pp. 56–59.
 6. Rajput Ch., Kumari S., Prajapati V., Dinbandhu, Abhishek K. Experimental investigation on peel strength during ultrasonic welding of polypropylene H110MA. *Materials Today: Proceedings*, 2020, vol. 26, no. 2, pp. 1302–1305. DOI: [10.1016/j.matpr.2020.02.259](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.02.259).
 7. Nikoi R., Sheikhi M.M., Arab N.B.M. Experimental analysis of effects of ultrasonic welding on weld strength of polypropylene composite samples. *International Journal of Engineering*, 2015, vol. 28, no. 3, pp. 447–453.
 8. Raza S.F., Khan S.A., Mughal M.P. Optimizing the weld factors affecting ultrasonic welding of thermoplastics. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, vol. 103, pp. 2053–2067. DOI: [10.1007/s00170-019-03681-7](https://doi.org/10.1007/s00170-019-03681-7).
 9. Liu S.-J., Chang I.-T., Hung S.-W. Factors affecting the joint strength of ultrasonically welded polypropylene composites. *Polymer Composites*, 2004, vol. 22, no. 1, pp. 132–141. DOI: [10.1002/pc.10525](https://doi.org/10.1002/pc.10525).
 10. Fu X., Yuan X., Li G., Wu Y., Tong H., Kang S., Luo J., Pan Z., Lu W. A study on ultrasonic welding of thermoplastics with significant differences in physical properties under different process parameters. *Materials Today Communications*, 2022, vol. 33, article number 105009. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2022.105009](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105009).
 11. Chinnadurai T., Prabaharan N., Mohan Raj N., Pandian M.K. Ultrasonically welded and non-welded polypropylene and PC-ABS blend thermal analysis. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 2018, vol. 132, pp. 1813–1824. DOI: [10.1007/s10973-018-7052-y](https://doi.org/10.1007/s10973-018-7052-y).
 12. Mozgovoy I.V., Nelin A.G., Davidan G.M., Mozgovoy E.I., Mozgovoy O.I. The study of the effect of energy fields on polypropylene. *Omskiy nauchnyy vestnik*, 2006, no. 10, pp. 76–84. EDN: [HGKXGS](https://www.edn.ru/0000-0002-9613-7313).
 13. Chinnadurai T., Arungalai Vendan S., Rusu C.C., Scutelnicu E. Experimental investigations on the polypropylene behavior during ultrasonic welding. *Materials and Manufacturing Processes*, 2018, vol. 33, no. 7, pp. 718–726. DOI: [10.1080/10426914.2017.1303155](https://doi.org/10.1080/10426914.2017.1303155).
 14. Tao W., Su X., Wang H., Zhang Z., Li H., Chen J. Influence mechanism of welding time and energy director to the thermoplastic composite joints by ultrasonic welding. *Journal of Manufacturing Processes*, 2019, vol. 37, pp. 196–202. DOI: [10.1016/j.jmapro.2018.11.002](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2018.11.002).
 15. Zhao T., Broek Ch., Palardy G., Fernandez Villegas I., Benedictus R. Towards robust sequential ultrasonic spot welding of thermoplastic composites: Welding process control strategy for consistent weld quality. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 2018, vol. 109, pp. 355–367. DOI: [10.1016/j.compositesa.2018.03.024](https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2018.03.024).
 16. Volkov S.S., Nerovnyy V.M., Shestel L.A. The Effect of Thermal Energy Concentration on the Strength of Welded Surfaces in the Ultrasonic Welding of Plastics. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Mashinostroenie*, 2018, no. 1, pp. 63–70. DOI: [10.18698/0536-1044-2018-1-63-70](https://doi.org/10.18698/0536-1044-2018-1-63-70).
 17. Klubovich V.V., Klushin V.A., Khrushchev E.V., Marusich V.I. The study of ultrasonic welding of polymers. *Metallurgiya mashinostroeniya*, 2017, no. 5, pp. 31–40. EDN: [XFGRLX](https://www.edn.ru/0000-0003-2283-0104).
 18. Volkov S.S., Prilutskiy M.A. The influence of the roughness of the welded surfaces on the quality of the weld when using ultrasonic welding of heterogeneous plastic materials. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Mashinostroenie*, 2016, no. 2, pp. 53–58. EDN: [VKQDNV](https://www.edn.ru/0000-0002-6312-6431).
 19. Marcus M., Wenning J., Parsons J., Savitski A. Comparative analysis of energy director styles on polybutylene terephthalate with servo-driven ultrasonic welder. *SPE ANTEC Indianapolis*. USA, JW Marriott Indianapolis Publ., 2016, pp. 1266–1273.
 20. Marcus M., Cohn H., Drechsler J., Grodek D., Savitski A. Development of an approach to determine minimum amplitude required for ultrasonic welding. *SPE ANTEC Indianapolis*. USA, JW Marriott Indianapolis Publ., 2017, pp. 39–44.

Statistical dependences of influence of ultrasonic exposure time on the strength and other parameters of a polypropylene welded joint

© 2023

Sergey V. Murashkin¹, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”

Aleksandr S. Selivanov², PhD (Engineering), Director of the Institute of Mechanical Engineering

Nikolay G. Spiridonov³, postgraduate student,

assistant of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”

Elena B. Savina⁴, master

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: selivas@inbox.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9613-7313>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5267-0629>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2283-0104>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6312-6431>

Received 30.06.2022

Accepted 21.03.2023

Abstract: Polypropylene is one of the most popular thermoplastic materials used in industry. To produce goods from this material, the ultrasonic welding method is often used. However, despite a large number of scientific papers, the influence of some parameters of the ultrasonic welding mode on the strength characteristics of polypropylene joints remains unstudied. The paper presents the results of experimental studies of contact spot ultrasonic welding of plates 3 mm thick made of 01003-26 grade polypropylene. The authors considered the process of gradual penetration of the ultrasonic tool working face into polypropylene to a depth equal to the total thickness of the welded plates. Statistical dependences of the depth of the tool face penetration into the material and the force of material separation on the ultrasound exposure time are obtained. The influence of the depth of the ultrasonic tool working face penetration on the tearing force of welded specimens is determined. A significant increase in the tearing force from 150 to 400 N was found at the tool penetration depth of more than 3.5 mm due to an increase in the nominal area of mutual mixing of the material between the welded plates caused by the flow of molten material into the gap. The authors proposed a hypothesis about the flow of the molten material in the direction opposite to the direction of penetration of the working tool by forming traveling Rayleigh waves. However, its confirmation requires additional studies of the influence of the ultrasonic welding mode parameters and the size of the gap between the parts to be joined on the rate of the molten material flow into the gap.

Keywords: ultrasonic welding of plastics; polypropylene; welded joint strength; welding tool working part; ultrasonic welding time; depth of penetration of an ultrasonic tool face.

For citation: Murashkin S.V., Selivanov A.S., Spiridonov N.G., Savina E.B. Statistical dependences of influence of ultrasonic exposure time on the strength and other parameters of a polypropylene welded joint. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 1, pp. 57–67. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-57-67.

Усталостная прочность сварных соединений сталей 30ХГСА–40ХМФА, полученных ротационной сваркой трением

© 2023

Приймак Елена Юрьевна^{*1,2,4}, кандидат технических наук, заведующий лабораторией металловедения и термической обработки, доцент кафедры материаловедения и технологии материалов
Кузьмина Елена Александровна¹, начальник технического отдела
Гладковский Сергей Викторович^{3,5}, доктор технических наук, главный научный сотрудник
Вичужанин Дмитрий Иванович^{3,6}, кандидат технических наук, старший научный сотрудник
Веселова Валерия Евгеньевна^{3,7}, младший научный сотрудник

¹АО «Завод бурового оборудования», Оренбург (Россия)

²Оренбургский государственный университет, Оренбург (Россия)

³Институт машиноведения имени Э.С. Горкунова УрО РАН, Екатеринбург (Россия)

*E-mail: elena-pijmak@yandex.ru

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4571-2410>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3542-6242>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6508-6859>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4955-6435>

Поступила в редакцию 02.11.2022

Принята к публикации 16.02.2023

Аннотация: Ротационная сварка трением (РСТ) используется при производстве бурильных труб для геолого-разведки на твердые полезные ископаемые. Потребность в создании облегченных колонн бурильных труб для высокоскоростного алмазного бурения сверхглубоких скважин диктует необходимость более пристального внимания к изучению зоны сварного шва и назначению технологических параметров РСТ. В работе приведены результаты экспериментальных исследований сварного соединения бурильной трубы типоразмера H по ISO 10097 из сталей 30ХГСА (тело трубы) и 40ХМФА (замковая часть) в условиях воздействия циклических нагрузок. Оценивалось влияние силы, прикладываемой к заготовкам в процессе трения соприкасающихся поверхностей (силы при нагреве), и послесварочного отпуска при температуре 550 °С на циклическую долговечность сварных соединений в условиях знакопеременного растяжения-сжатия при напряжении амплитуды цикла ± 420 МПа. Установлено, что с увеличением силы при нагреве в зоне термомеханического влияния происходят изменения микроструктуры, способствующие повышению усталостной прочности сварных соединений. Выявлено негативное влияние послесварочного отпуска на усталостную прочность сварных соединений, выражающееся в снижении количества циклов до разрушения на 15–40 % в зависимости от величины силы при нагреве. Определен оптимальный режим РСТ указанного сочетания сталей, обеспечивающий наибольшее количество циклов до разрушения: сила при нагреве (при трении) $F_H=120$ кН, сила проковки $F_{np}=160$ кН, частота вращения при нагреве $n=800$ об/мин и осадка при нагреве $l=8$ мм. Проведена серия усталостных испытаний при различных значениях напряжения амплитуды цикла сварного соединения, полученного на оптимальном режиме, и основного металла стали 30ХГСА; построены кривые ограниченной выносливости. Показано, что различия в кривых ограниченной выносливости материала тела трубы (сталь 30ХГСА) и сварного соединения незначительны. Полученные результаты дополнены данными измерений микротвердости и фрактограммами разрушенных образцов, раскрывающими механизм распространения трещин в условиях воздействия циклических нагрузок.

Ключевые слова: ротационная сварка трением; бурильные трубы; сварное соединение; усталостная прочность; кривая ограниченной выносливости; сталь 30ХГСА; сталь 40ХМФА.

Благодарности: Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 20-38-90032.

При проведении механических испытаний использовалось оборудование, входящее в состав ЦКП «Пластометрия» Института машиноведения имени Э.С. Горкунова УрО РАН.

Для цитирования: Приймак Е.Ю., Кузьмина Е.А., Гладковский С.В., Вичужанин Д.И., Веселова В.Е. Усталостная прочность сварных соединений сталей 30ХГСА–40ХМФА, полученных ротационной сваркой трением // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 1. С. 69–81. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-1-69-81.

ВВЕДЕНИЕ

Ротационная сварка трением (РСТ) относится к процессу получения сварных соединений деталей, представляющих собой тела вращения. Она обладает рядом технологических преимуществ по сравнению с другими видами сварки и позволяет сваривать ограниченно

и трудносвариваемые материалы в разных сочетаниях, что определяет ее применение в различных отраслях промышленности. Данная технология используется при производстве бурильных труб с приварными замковыми деталями для нефтяной и горнодобывающей отрасли при геологоразведке на твердые полезные ископаемые. При этом ужесточение горно-геологических условий бурения,

связанное с большей глубиной залегания пород, диктует необходимость создания облегченных конструкций бурильных труб за счет уменьшения толщины стенки тела бурильной трубы при применении более прочной трубной заготовки. Учитывая, что колонна бурильных труб при высокоскоростном алмазном бурении работает в сложных условиях механического нагружения, к выбору материалов и назначению режимов сварки требуется более тщательный подход.

Как правило, бурильные трубы представляют собой сварную конструкцию замковой части с телом трубы из средне- и низкоуглеродистых легированных сталей, соединенную посредством РСТ¹. В качестве тела трубы для облегченных конструкций бурильных труб предполагается использовать трубную заготовку из стали 30ХГСА, которая после закалки и отпуска обеспечивает необходимые свойства: условный предел текучести ≥ 750 МПа, временное сопротивление ≥ 850 МПа, относительное удлинение ≥ 12 %. В качестве материала замковой части бурильной трубы могут быть использованы различные марки среднеуглеродистых легированных сталей, обеспечивающих после закалки и отпуска следующие механические свойства: условный предел текучести ≥ 930 МПа, временное сопротивление ≥ 1050 МПа, относительное удлинение ≥ 10 %. Наиболее широкое распространение получила сталь 40ХМФА.

Поиск и анализ работ, направленных на подробное изучение микроструктуры и свойств фрикционных сварных соединений из среднеуглеродистых легированных сталей, показал ограниченность информации в данной области. Имеются отдельные публикации, в которых приведены результаты исследований микроструктуры и свойств сварных соединений бурильных труб из сталей N80 (аналог 35Г2) в нормализованном состоянии со сталью 42CrMo4 (аналог 40ХМ) после закалки и отпуска [1], стали AISI 8630 (аналог 30ХМН) [2], сварных соединений сталей ASTM A 106 Grade B (аналог 20Г) в горячекатанном состоянии и 4140 (аналог 40ХГМ) после нормализации и после улучшения [3; 4]. Эти работы, а также другие исследования [5; 6] свидетельствуют, что механические свойства сварных соединений при испытании на растяжение при правильно подобранных режимах сварки не уступают, а в ряде случаев и превосходят механические свойства наименее прочного привариваемого материала. Однако условия работы бурильных труб в процессе эксплуатации определяются воздействием не только статических, но и знакопеременных циклических нагрузок. Поэтому исследование усталостной прочности соединений элементов бурильных труб, полученных РСТ, является важным для оценки надежности и работоспособности конструкции.

Известно, что свойства усталости сварных соединений, в том числе полученных РСТ, определяются как химическим составом приваренных материалов, так и микроструктурными особенностями зоны сварного соединения и уровнем остаточных сварочных напряжений [7; 8]. При этом сварные соединения, выполненные фрикционными способами сварки, обладают большими характеристиками усталостной прочности, чем сварные

соединения, выполненные сваркой плавлением [9–11]. В работе [12] установлено, что более высокий предел выносливости сварного соединения по сравнению с основным материалом может быть получен при сварке трением нержавеющей сталей. Однако при сварке разнородных сталей, таких как среднеуглеродистая сталь и аустенитная нержавеющая сталь, усталостная прочность сварного соединения снизилась на 30 % по сравнению со среднеуглеродистой сталью и на 40 % по сравнению с аустенитной сталью [13]. При сварке трением среднеуглеродистой стали AISI 1040 (аналог 40Г) усталостная прочность сварного соединения близка к усталостной прочности основного металла данной стали [14], однако предел выносливости сварного соединения в сочетании сталей 32Г2 и 40ХН уступает пределу выносливости стали 32Г2 на величину до 30 % [15].

Вместе с тем параметры сварки и послесварочная термическая обработка оказывают влияние на микроструктуру и свойства сварных соединений, что показано в публикациях на примерах как соединений среднеуглеродистых сталей [16; 17], так и сочетаний низкоуглеродистой стали с нержавеющей сталью [18] и алюминиевым сплавом [19], а также других сплавов [20] и их сочетаний [21].

Потребность создания облегченных конструкций геологоразведочных бурильных труб диктует необходимость исследований свойств усталости при изменении режимов сварки и послесварочной термической обработки и в сварном соединении сталей 30ХГСА и 40ХМФА, предполагаемых к применению, что до настоящего времени было неизученным. Необходимо понимание степени равнопрочности зоны сварного шва с телом бурильной трубы (сталь 30ХГСА).

Ранними исследованиями указанного сочетания сталей установлен оптимальный диапазон параметров РСТ, обеспечивающий максимальную прочность при растяжении на границе их раздела (в стыке): сила при нагреве $F_H=40-120$ кН, сила проковки $F_{np}=100-160$ кН, частота вращения при нагреве $n=700-900$ об/мин, осадка при нагреве $l=-7-9$ мм [22]. Однако из полученных значений оптимальных параметров видно, что интервал значений силы при нагреве, обеспечивающий качественное сварное соединение в стыке материалов, достаточно широк, поэтому представляет интерес более детальная оценка данного параметра на усталостную прочность соединения, содержащего все микроструктурные зоны, образованные в процессе сварки.

Цель работы – оценка влияния параметров ротационной сварки трением и послесварочного отпуска на сопротивление усталости сварных соединений сталей 30ХГСА и 40ХМФА и определение оптимальных параметров, обеспечивающих максимальную степень равнопрочности зоны сварного шва с основным материалом – сталью 30ХГСА.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Сварке трением подлежали трубные заготовки диаметром 92 мм и толщиной стенки 8 мм из стали 40ХМФА и диаметром 89 мм и толщиной стенки 4 мм (типоразмер H согласно ISO 10097) из стали 30ХГСА, предварительно подвергнутые закалке и высокому отпуску.

Химический состав исходных сталей представлен в таблице 1.

¹ ГОСТ Р 51245–99. Трубы бурильные стальные универсальные. Общие технические условия. М.: Издательство Стандартов, 1999. 15 с.

Сварка осуществлялась на оборудовании Thompson-60, оснащённом программным комплексом, позволяющим задавать и контролировать параметры сварки. Процесс РСТ состоит из этапа разогрева заготовок при трении в результате приложения осевой силы со стороны вращающейся заготовки и этапа проковки, заключающегося в приложении дополнительной осевой силы после остановки вращения. Таким образом, основными параметрами РСТ являются сила при нагреве (при трении в результате соприкосновения двух вращающихся труб) F_n (кН), сила проковки $F_{пр}$ (кН), частота вращения при нагреве n (об/мин) и осадка при нагреве l (мм) [23].

Режимы сварки, выбранные для настоящих исследований, приведены в таблице 2.

Механические свойства сварных соединений и металла основы представлены в таблице 3. В ней также приведены механические свойства сварных соединений после отпуска в лабораторной печи при температуре 550 °С в течение 1 ч.

Усталостные испытания образцов проводились на универсальной испытательной машине INSTRON 8801 по схеме знакопеременного растяжения-сжатия с коэффициентом асимметрии цикла $R=-1$ и частотой нагружения 5 Гц. Типоразмер образцов для усталостных испытаний металла основы и сварных соединений приведен на рис. 1. При этом форма использованного образца соответствовала типу III по ГОСТ 25.509-79, а размеры были скорректированы для обеспечения его устойчивости при знакопеременном циклическом нагружении при повышенных нагрузках.

В ходе испытаний образцов сварных соединений, полученных при различных режимах сварки в исходном состоянии и после отпуска, определялось количество циклов до разрушения при амплитуде напряжения $\sigma_a = \pm 420$ МПа. Испытанию подвергались по 3 образца

на режим с последующим вычислением среднего значения циклической долговечности. После определения оптимального режима, обеспечивающего максимальную долговечность сварных образцов, проводились испытания при различных напряжениях как сварных образцов при выбранном режиме, так и монолитных образцов из стали 30ХГСА для построения кривых ограниченной выносливости и их сравнительной оценки.

Исследование микроструктуры сварных соединений осуществлялось на поперечных микрошлифах после травления 4%-м раствором азотной кислоты в этиловом спирте с применением оптического микроскопа Olympus DSX1000. Измерения микротвердости производились вдоль протяженности зоны термомеханического влияния (ЗТМВ) с шагом 0,5 мм в соответствии с ГОСТ 9450-76 на микротвердомере HVS-1000 при приложении нагрузки 2 Н в течение 10 с. Фрактографический анализ разрушенных образцов производили на сканирующем электронном микроскопе Tescan VEGA II XMU.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Типичная макро- и микроструктура сварного соединения сталей 30ХГСА и 40ХМФА после ротационной сварки трением представлена на рис. 2. Непосредственно вблизи зоны соединения она представляет собой мартенсит с участками бейнита. На периферийных участках ЗТМВ в результате снижения температурного воздействия наблюдается мелкодисперсная ферритокарбидная микроструктура.

Распределение микротвердости по ширине ЗТМВ в исходном состоянии после сварки и после отпуска приведено на рис. 3.

Таблица 1. Химический состав сталей, предназначенных для производства буровых труб, % по масс.
Table 1. Chemical composition of steels intended for the production of drill pipes, % by weight

Марка стали	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Cu	Mo	V
30ХГСА тело трубы	0,33	1,02	1,12	0,003	0,011	0,99	–	0,04	–	–
40ХМФА замковая часть	0,41	0,48	0,27	0,004	0,008	0,97	0,08	0,06	0,27	0,11

Таблица 2. Режимы ротационной сварки трением, выбранные для эксперимента
Table 2. Rotary friction welding modes selected for the experiment

№ режима	Сила при нагреве F_n , кН	Сила проковки $F_{пр}$, кН	Осадка при нагреве l , мм	Частота вращения n , об/мин
1	40	160	8	800
2	80			
3	120			

Таблица 3. Механические свойства сварных соединений сталей 30ХГСА и 40ХМФА, выполненных ротационной сваркой трением, и материалов основы*

Table 3. Mechanical properties of the RFW-produced welded joints of the 30ХГСА and 40ХМФА steels and base materials*

Испытываемый образец	№ режима РСТ	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %
Сварное соединение	1	760/758**	849/841	8,0/7,0	34,5/33,5
	2	757/755	883/851	10,0/9,0	33,0/33,5
	3	771/768	894/882	10,5/10,5	35,0/36,0
30ХГСА	–	767	888	13,0	36,5
40ХМФА	–	1111	1205	10,5	38,0

* Механические свойства получены на образцах с длиной рабочей части 50 мм, шириной 15 мм и толщиной 4 мм на испытательной установке INSTRON 8801 в соответствии с ГОСТ 6996-66 и ГОСТ 1497-84.

** В числителе приведены механические свойства сварного соединения после ротационной сварки трением, а в знаменателе – после отпуска.

* Mechanical properties are obtained for the samples with the working part length of 50 mm, width of 15 mm, and thickness of 4 mm at the INSTRON 8801 test unit according to the ГОСТ 6996-66 and ГОСТ 1497-84 standards.

** In the numerator, mechanical properties of a welded joint after rotary friction welding are indicated; in the denominator – the ones after tempering.

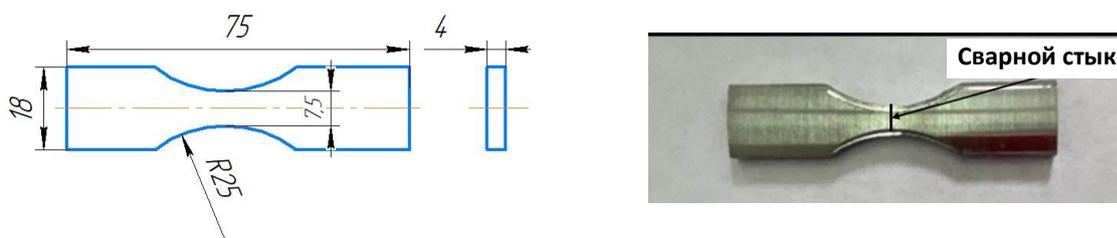


Рис. 1. Образец со сварным соединением для испытаний на усталость
Fig. 1. A sample with a welded joint for fatigue tests

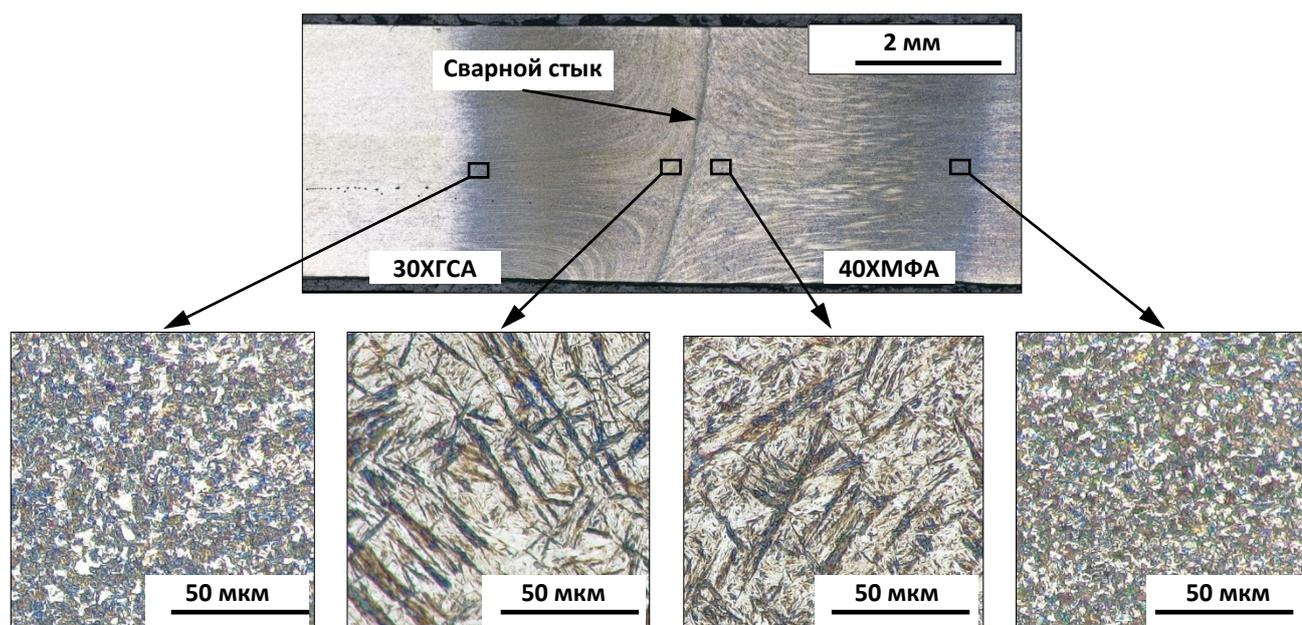


Рис. 2. Макро- и микроструктура сварного соединения сталей 30ХГСА и 40ХМФА, полученная ротационной сваркой трением (режим № 2)
Fig. 2. Macro- and microstructure of a welded joint of the 30ХГСА and 40ХМФА steels produced by rotary friction welding (mode No. 2)

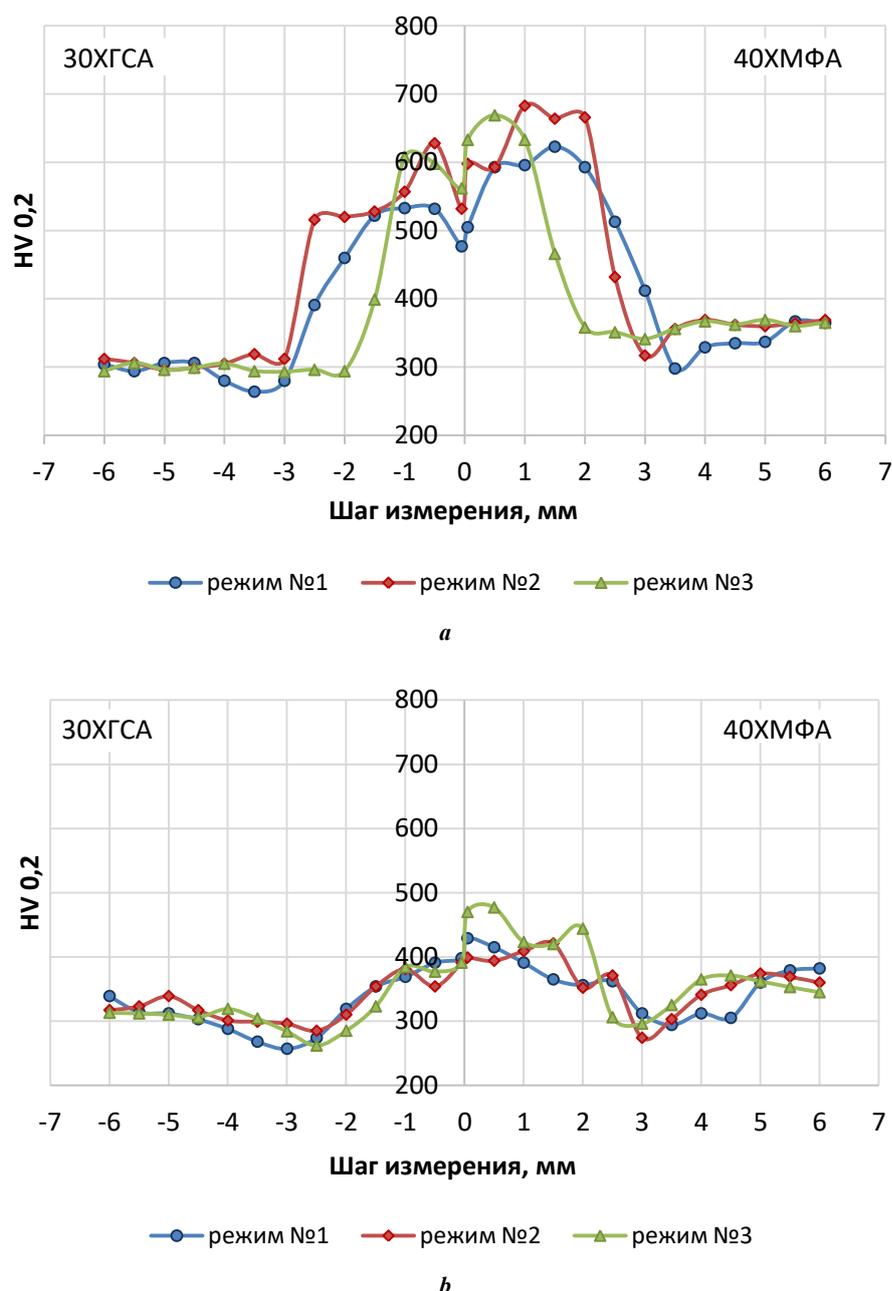


Рис. 3. Распределение микротвердости в сварных соединениях сталей 30ХГСА–40ХМФА: **а** – после сварки трением; **б** – после сварки трением и последующего отпуска при 550 °С
Fig. 3. Microhardness distribution in welded joints of the 30ХГСА–40ХМФА steels: **a** – after friction welding; **b** – after friction welding and further tempering at 550 °С

Вблизи зоны соединения двух сталей имеются области с высокой микротвердостью по отношению к основному металлу, обусловленные формированием мартенситных структур (рис. 3 а). Сила при нагреве оказывает некоторое влияние как на значения микротвердости, так и на протяженность ЗТМВ. С увеличением силы при нагреве в диапазоне от 40 кН (режим № 1) до 120 кН (режим № 3) протяженность ЗТМВ уменьшается от 7,85 до 5,25 мм. Максимальные значения микротвердости наблюдаются в образцах, полученных с силой нагрева 120 кН, и составляют 669 HV 0,2 для стали 40ХМФА и 608 HV 0,2 для стали 30ХГСА. Минимальные значения HV 0,2 соответ-

ствуют периферийным участкам ЗТМВ в сварном соединении, полученном с наименьшей силой при нагреве 40 кН. В этих участках микротвердость стали 30ХГСА составляет 264–280 HV 0,2, стали 40ХМФА – 298–335 HV 0,2, в то время как микротвердость основного металла стали 30ХГСА достигает величины 294–306 HV 0,2, стали 40ХМФА – 362–367 HV 0,2. Таким образом, наиболее разупрочненной зоной в данном сварном соединении (режим № 1) по отношению ко всем его участкам является периферийная область ЗТМВ стали 30ХГСА.

Послесварочный отпуск вызвал снижение микротвердости в зоне термомеханического влияния во всех

образцах и, как следствие, частичное устранение механической неоднородности, присущей исходному состоянию сварного соединения. Однако стоит отметить, что в сварных соединениях, полученных по режимам № 2 и № 3, в периферийных областях ЗТМВ в исходном состоянии микротвердость была на уровне основного металла, а после отпуска наблюдается локальное разупрочнение этих участков по отношению к основному металлу. В сварном соединении, полученном по режиму № 1, в зоне разупрочнения, сформированной ранее при сварке, наблюдается дополнительное понижение микротвердости (рис. 3 б).

На рис. 4 приведено количество циклов до разрушения образцов сварных соединений при испытании на усталость.

Из полученных результатов (рис. 4) видно, что с увеличением силы при нагреве долговечность образцов возрастает. При этом отпуск снижает количество циклов до разрушения на 40, 20, 15 % после реализации режимов № 1, № 2 и № 3 соответственно.

В ходе испытаний разрушение всех образцов фиксировалось со стороны стали 30ХГСА на расстоянии от 3

до 5 мм от стыка двух сталей. Внешний вид испытанных образцов представлен на рис. 5.

На рис. 6, 7 приведено макро- и микростроение изломов испытанных образцов.

Поверхность разрушения всех исследуемых образцов представляет собой типичный усталостный излом, в котором различаются зона зарождения и развития усталостной трещины (участок 1), а также зона долома (участок 2) (рис. 6 и 7). Зона усталости во всех образцах сварных соединений составляет от 65 до 75 %, что указывает на высокое сопротивление материала распространению трещины. При этом зарождение усталостной трещины осуществлялось с поверхности образцов, на внутренней части трубной заготовки.

Зоны усталостного разрушения образцов, полученных с силой при нагреве 40 кН (режим № 1), при $\sigma_a=420$ МПа с отпуском и без него имеют платоподобную поверхность разрушения с фрагментами борозчатого микрорельефа (рис. 6 б, 6 е). Отпущенный образец имеет более сглаженный микрорельеф (рис. 6 е). Однако расстояние между усталостными

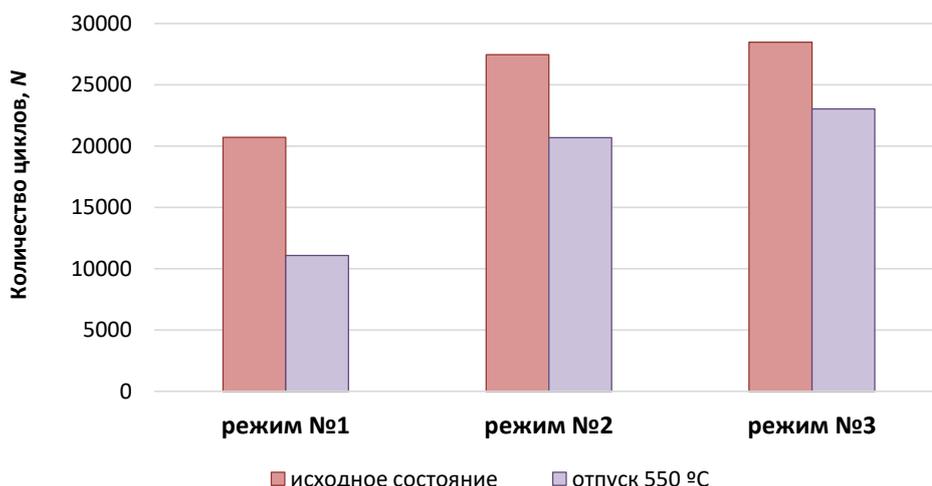


Рис. 4. Количество циклов до разрушения образцов сварных соединений сталей 30ХГСА–40ХМФА в исходном состоянии и после отпуска при циклических испытаниях с амплитудой $\sigma_a=\pm 420$ МПа
Fig. 4. The number of cycles before failure of samples of welded joints of the 30XGSA–40XMF steels in the initial state and after tempering during cyclic tests with an amplitude of $\sigma_a=\pm 420$ MPa

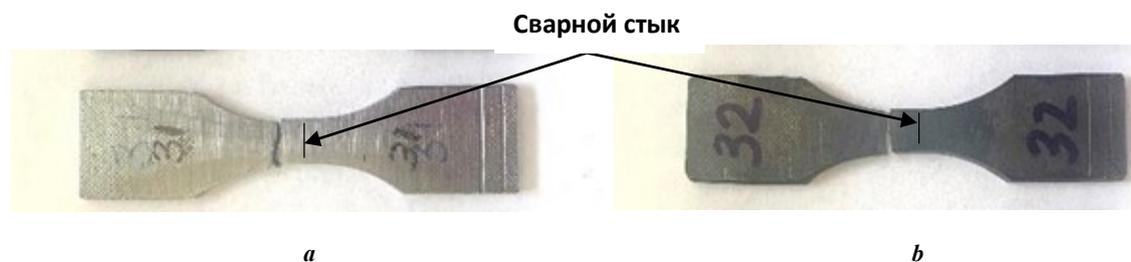


Рис. 5. Внешний вид разрушенных образцов после циклических испытаний (слева сталь 30ХГСА):
a – режим № 3 после сварки; **b** – режим № 3 после отпуска
Fig. 5. The appearance of broken specimens after cyclic tests (at the left – 30XGSA steel):
a – mode No. 3 after welding; **b** – mode No. 3 after tempering

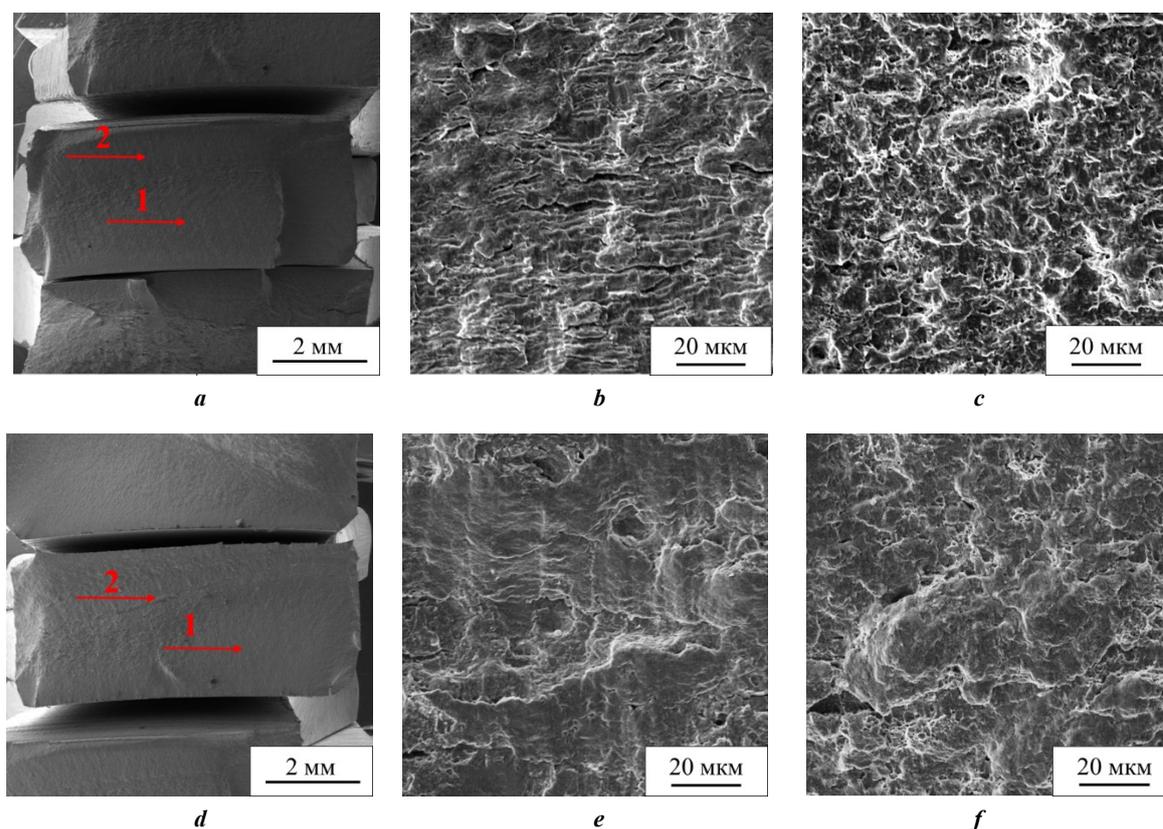


Рис. 6. Макро- (*a, d*) и микростроение (*b, c, e, f*) изломов сварных соединений после испытаний на усталостную прочность после сварки по режиму № 1 в исходном состоянии (*a–c*, $\sigma_a=420$ МПа, $N=24142$) и после отпуска (*d–f*, $\sigma_a=420$ МПа, $N=13631$): *a, d* – общий вид; *b, e* – участок 1 (зона усталости); *c, f* – участок 2 (зона долома)

Fig. 6. Macro- (*a, d*) and microstructure (*b, c, e, f*) of fractures of welded joints after endurance tests after welding according to the mode No. 1 in the initial state (*a–c*, $\sigma_a=420$ MPa, $N=24142$) and after tempering (*d–f*, $\sigma_a=420$ MPa, $N=13631$): *a, d* – general appearance; *b, e* – area 1 (fatigue zone); *c, f* – area 2 (fracture zone)

бороздками выше, что свидетельствует о большей скорости распространения трещины в данном образце. Зоны долома обоих образцов (рис. 6 *c, f*) относятся к вязкому типу и содержат мелкие и неглубокие вязкие ямки.

Изломы образцов сварных соединений, полученных с силой при нагреве 80 кН (режим № 2), имели идентичное вышеописанному строение в исходном состоянии и после отпуска. Однако образцы, полученные с силой при нагреве 120 кН (режим № 3), как с последующим отпуском (рис. 7 *e*), так и без него (рис. 7 *b*) характеризуются более сглаженным микрорельефом без выраженных усталостных бороздок. Учитывая, что общая протяженность ЗТМВ при данном режиме сварки составляет 5,25 мм, разрушение образца, по всей видимости, произошло в зоне основного металла стали 30ХГСА (рис. 5). В изломе образцов наблюдаются поры, которые, вероятно, инициировались неметаллическими включениями, присутствующими в исходной заготовке. Зоны долома обоих образцов (рис. 7 *c, f*) так же, как и в предыдущих образцах, характеризуются вязким мелкоямычным микрорельефом.

Таким образом, наибольшей усталостной прочностью из исследуемых режимов сварки обладает сварное соединение, полученное с силой при нагреве $F_H=120$ кН (режим № 3), без последующего отпуска. Поэтому

сравнительные испытания сварных соединений и материала тела трубы для построения кривых ограниченной выносливости производили при данном режиме. Полученные в ходе испытаний кривые в полулогарифмических координатах приведены на рис. 8.

Сравнительная оценка кривых ограниченной выносливости (рис. 8) данного сварного соединения и стали основы 30ХГСА показывает, что различия незначительны. В начальной области малоциклового усталости ($N < 1000$) сталь основы 30ХГСА обладает немного большим сопротивлением усталости, в то время как в области многоциклового усталости сталь основы и сварное соединение имеют одинаковый усредненный уровень усталостной прочности. Характерной особенностью механического поведения сварных соединений в условиях циклического нагружения при всех амплитудах напряжений является разрушение как в зоне исходного материала стали 30ХГСА, так и в ЗТМВ стали 30ХГСА независимо от величины σ_a , что указывает на равнопрочность указанных зон.

Морфология поверхности разрушения образцов сварных соединений и стали 30ХГСА, образованных при различном амплитудном напряжении, представлена на рис. 9, 10.

Видно, что при разрушении в области напряжений ± 495 – 508 МПа в строении изломов сварных соединений

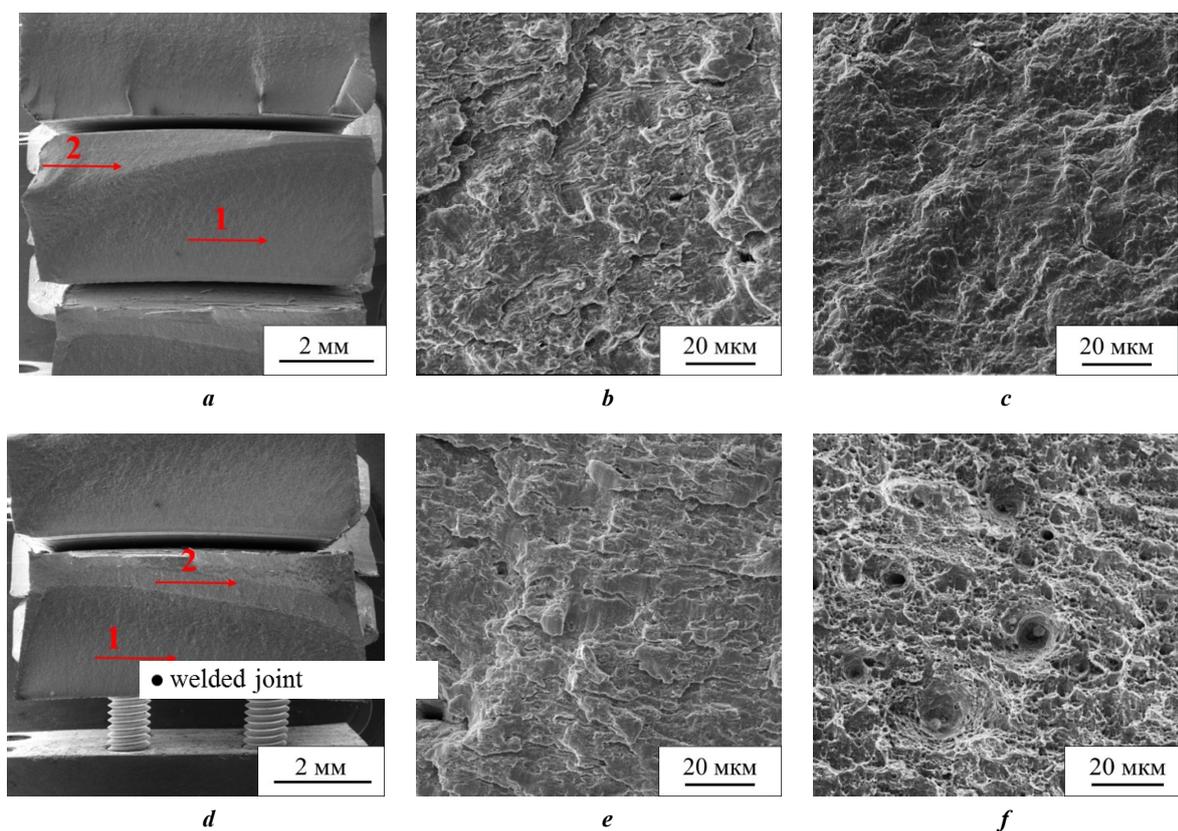


Рис. 7. Макро- (a, d) и микростроение (b, c, e, f) изломов сварных соединений после испытаний на усталостную прочность после сварки по режиму № 3 в исходном состоянии (a–c, $\sigma_a=420$ МПа, $N=32825$) и после отпуска (d–f, $\sigma_a=420$ МПа, $N=23384$): a, d – общий вид; b, e – участок 1 (зона усталости); c, f – участок 2 (зона долома)
Fig. 7. Macro- (a, d) and microstructure (b, c, e, f) of fractures of welded joints after endurance tests after welding according to the mode No. 3 in the initial state (a–c, $\sigma_a=420$ MPa, $N=32825$) and after tempering (d–f, $\sigma_a=420$ MPa, $N=23384$): a, d – general appearance; b, e – area 1 (fatigue zone); c, f – area 2 (fracture zone)

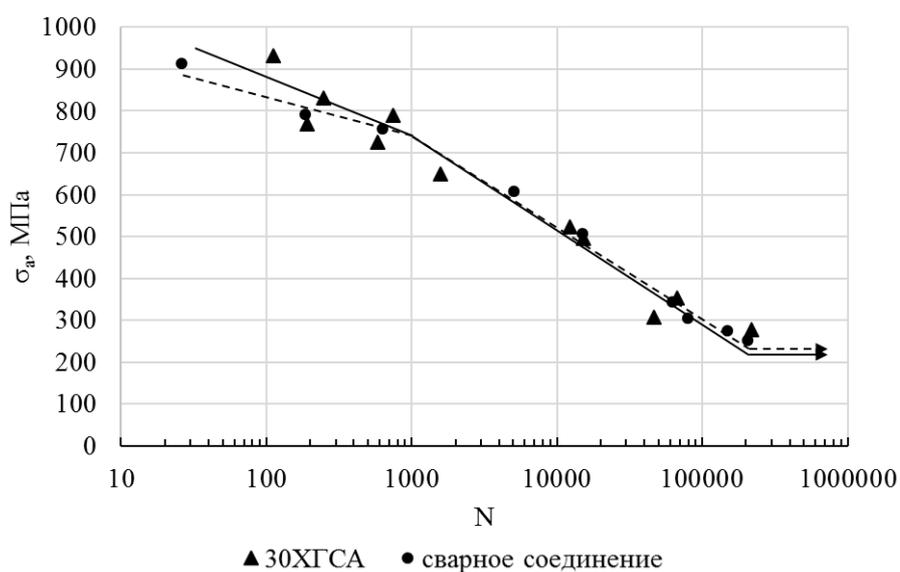


Рис. 8. Кривые ограниченной выносливости стали 30ХГСА и сварного соединения сталей 30ХГСА–40ХМФА
Fig. 8. Limited endurance curves of the 30ХГСА steel and a welded joint of 30ХГСА–40ХМФА steels

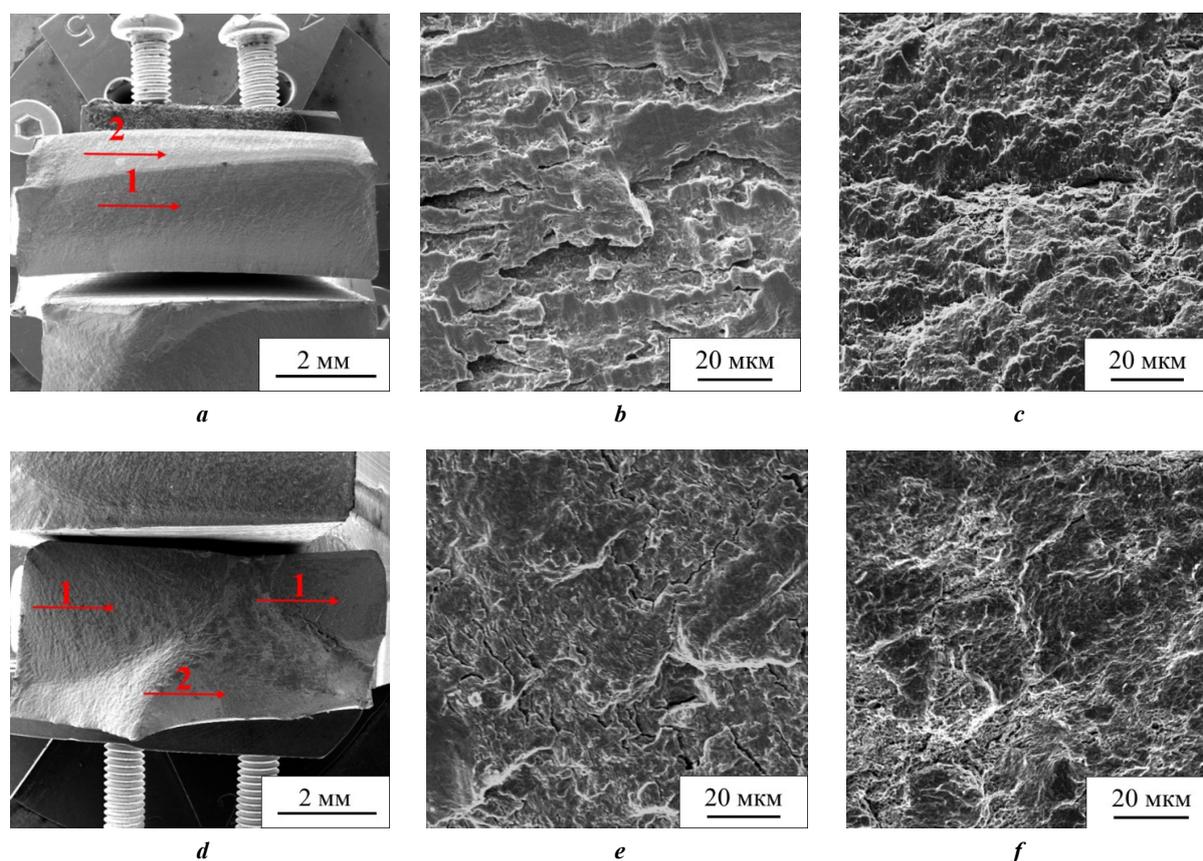


Рис. 9. Макро- (a, d) и микростроение (b, c, e, f) изломов сварного соединения 30ХГСА–40ХМФА ($\sigma_a=495$ МПа, $N=15077$) (a–c) и монолитного образца стали 30ХГСА ($\sigma_a=508$ МПа, $N=14965$) (d–f), полученных при испытаниях в условиях малоциклового усталости:

a, d – общий вид; b, e – участок 1 (зона усталости); c, f – участок 2 (зона долома)

Fig. 9. Macro- (a, d) and microstructure (b, c, e, f) of fractures of a 30ХГСА–40ХМФА welded joint ($\sigma_a=495$ МПа, $N=15077$) (a–c) and a monolithic specimen of the 30ХГСА steel ($\sigma_a=508$ МПа, $N=14965$) (d–f) obtained at low-cycle fatigue tests:

a, d – general appearance; b, e – area 1 (fatigue zone); c, f – area 2 (fracture zone)

и основного металла стали 30ХГСА имеются некоторые отличия (рис. 9). На поверхности усталостного разрушения образца сварного соединения (рис. 9 b) образовались ступенчатые платоподобные области, окруженные углублениями. Усталостные бороздки выражены нечетко. В образце основного металла наблюдается более грубый рельеф зоны усталостного разрушения (рис. 9 e). Зарождение трещины происходит на двух участках образца, вблизи дефектов или включений (рис. 9 d). Зоны долома обоих образцов (рис. 9 c, 9 f) характеризуются вязким мелкоямочным рельефом.

С понижением действующего напряжения и увеличением числа циклов до разрушения большую площадь зоны усталостного разрушения занимают платоподобные участки (рис. 10 a, 10 b, 10 d, 10 f). Однако усталостные бороздки четко формируются лишь на небольших областях поверхностей разрушения, на остальных участках они плохо сформированы и разрушены под влиянием различных сопутствующих разрушению факторов. Несмотря на это, усталостный излом хорошо идентифицируется на всех образцах при изучении распространения направления вторичных трещин, перпендикулярных магистральной трещине. Более четко вторичные трещины выражены на образце со сварным соединением (рис. 10 b) по сравнению с основным

металлом. По всей вероятности, это связано с образованием кристаллографической текстуры в зоне сварного соединения под влиянием термомеханического цикла сварки [24]. Зоны долома обоих образцов (рис. 10 c, 10 f) имеют типичный мелкоямочный рельеф.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результаты проведенных исследований показали, что сварное соединение сталей 30ХГСА и 40ХМФА при определенных параметрах сварки способно обеспечивать равнопрочную конструкцию со сталью 30ХГСА не только в условиях статического растяжения, как установлено в работе [25], но и при циклическом нагружении. Одним из параметров РСТ, оказывающим влияние на свойства сварного соединения, является сила при нагреве. Настоящими исследованиями установлено, что с увеличением силы при нагреве происходит упрочнение ЗТМВ при сокращении их протяженности со стороны каждой стали, что способствует повышению усталостной долговечности изученных сварных соединений. По всей вероятности, данный эффект вызван интенсификацией процессов деформационного упрочнения в ЗТМВ, реализующихся при РСТ, как установлено в работе [12]. Однако при нагреве деформированной микроструктуры

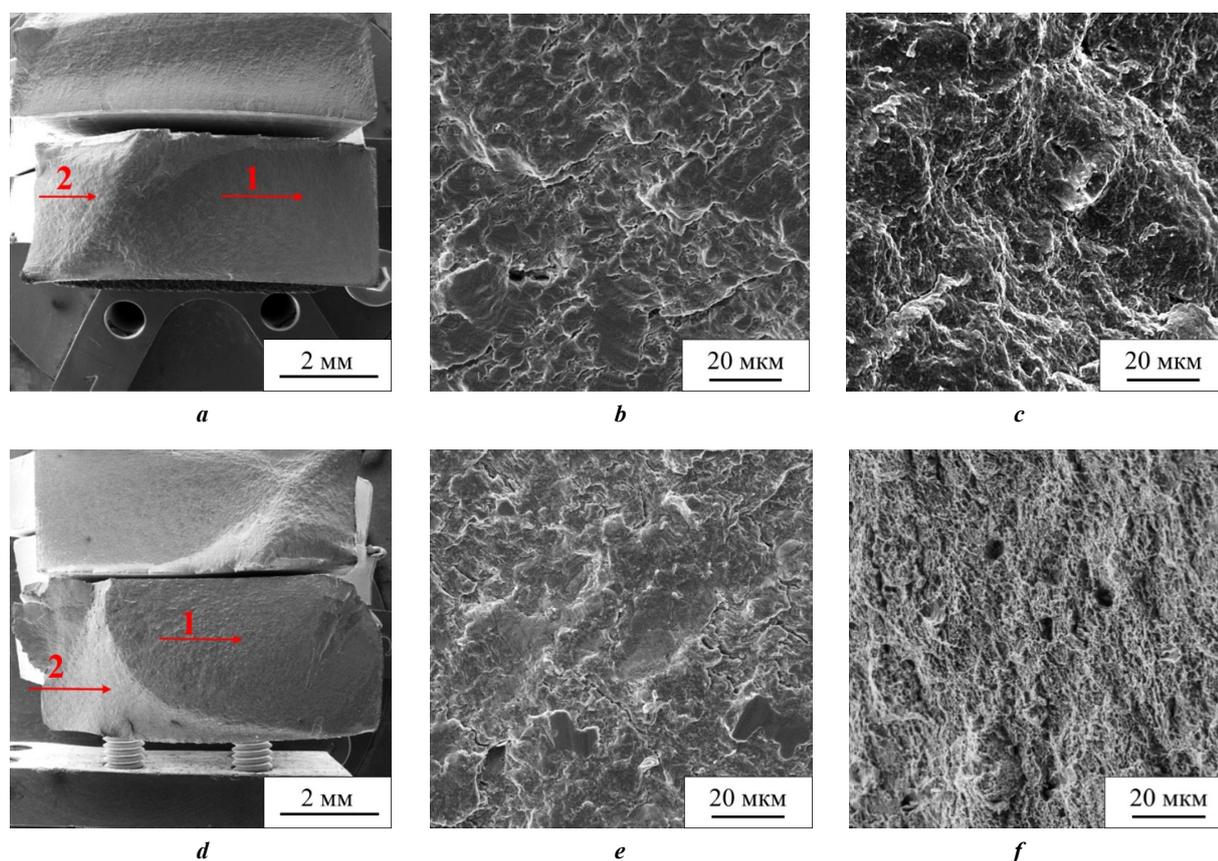


Рис. 10. Макро- (a, d) и микростроение (b, c, e, f) изломов сварных соединений 30ХГСА–40ХМФА ($\sigma_a=354$ МПа, $N=67321$) (a–c) и монолитного образца стали 30ХГСА ($\sigma=342$ МПа, $N=62400$) (d–f), полученных при испытаниях в условиях многоциклового усталости:

a, d – общий вид; b, e – участок 1 (зона усталости); c, f – участок 2 (зона долома)

Fig. 10. Macro- (a, d) and microstructure (b, c, e, f) of fractures of 30ХГСА–40ХМФА welded joints ($\sigma_a=354$ MPa, $N=67321$) (a–c) and a monolithic specimen of the 30ХГСА steel ($\sigma=342$ MPa, $N=62400$) (d–f) obtained at multicycle fatigue tests:

a, d – general appearance; b, e – area 1 (fatigue zone); c, f – area 2 (fracture zone)

развиваются процессы возврата и полигонизации, которые сопровождаются локальным разупрочнением материалов в ЗТМВ и снижением усталостной долговечности, что также наблюдалось в работе [26]. Скорость роста усталостной трещины возрастает, что подтверждается результатами микрофрактографического анализа. Поэтому проведение отпуска для сварного соединения сталей 30ХГСА–40ХМФА будет оказывать негативное влияние на свойства конструкции.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Установлено, что с увеличением силы при нагреве в процессе РСТ трубных заготовок типоразмера H по ISO 10097 из сталей 30ХГСА и 40ХМФА в диапазоне от 40 до 120 кН происходят микроструктурные изменения, сопровождающиеся сокращением протяженности ЗТМВ и упрочнением периферийных участков, что способствует повышению усталостной прочности сварных соединений.

2. Послеварочный отпуск вызывает снижение числа циклов до разрушения по сравнению с исходным состоянием сварных соединений на 15–40 % в зависимости от режима сварки. При этом проведение отпуска приводит к формированию в изломе более сглаженного

микрорельефа и увеличению расстояния между бороздками усталостного разрушения.

3. На основании проведенных исследований определен оптимальный режим РСТ для облегченных конструкций геологоразведочных бурильных труб типоразмера H , соответствующий силе при нагреве (при трении) $F_H=120$ кН, силе проковки $F_{np}=160$ кН, частоте вращения при нагреве $n=800$ об/мин и осадке при нагреве $l=8$ мм. При указанных параметрах процесса РСТ усталостная прочность сварных соединений соизмерима с усталостной прочностью основного металла наименее прочной стали 30ХГСА, что подтверждается кривыми ограниченной выносливости и практически идентичным характером разрушения, выявляемым при макро- и микрофрактографическом исследовании.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Emre H.E., Kaçar R. Effect of Post Weld Heat Treatment Process on Microstructure and Mechanical Properties of Friction Welded Dissimilar Drill Pipe // Materials Research. 2015. Vol. 18. № 3. P. 503–508. DOI: [10.1590/1516-1439.308114](https://doi.org/10.1590/1516-1439.308114).
- Banerjee A., Ntovas M., Da Silva L., Rahimi S., Wynne B. Inter-relationship between microstructure evolution and

- mechanical properties in inertia friction welded 8630 low-alloy steel // Archives of Civil and Mechanical Engineering. 2021. Vol. 21. Article number 149. DOI: [10.1007/s43452-021-00300-9](https://doi.org/10.1007/s43452-021-00300-9).
3. Khadeer Sk.A., Babu P.R., Kumar B.R., Kumar A.S. Evaluation of friction welded dissimilar pipe joints between AISI 4140 and ASTM A 106 Grade B steels used in deep exploration drilling // Journal of Manufacturing Processes. 2020. Vol. 56. P. 197–205. DOI: [10.1016/j.jmapro.2020.04.078](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.04.078).
 4. Kumar A.S., Khadeer Sk.A., Rajinikanth V., Pahari S., Kumar B.R. Evaluation of bond interface characteristics of rotary friction welded carbon steel to low alloy steel pipe joints // Materials Science & Engineering A. 2021. Vol. 824. Article number 141844. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141844](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141844).
 5. Li P., Wang S., Xia Y., Hao X., Lei Z., Dong H. Inhomogeneous microstructure and mechanical properties of rotary friction welded AA2024 joints // Journal of Materials Research and Technology. 2020. Vol. 9. № 3. P. 5749–5760. DOI: [10.1016/j.jmrt.2020.03.100](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.03.100).
 6. Nagaraj M., Ravisankar B. Effect of Severe Plastic Deformation on Microstructure and Mechanical Behaviour of Friction-Welded Structural Steel IS2062 // Transactions of the Indian Institute of Metals. 2019. Vol. 72. P. 751–756. DOI: [10.1007/s12666-018-1527-1](https://doi.org/10.1007/s12666-018-1527-1).
 7. Jeffrey W.S., Thomas G.H., McColskey J.D., Victor F.P., Ramirez A.J. Characterization of mechanical properties, fatigue-crack propagation, and residual stresses in a microalloyed pipeline-steel friction-stir weld // Materials and Design. 2015. Vol. 88. P. 632–642. DOI: [10.1016/j.matdes.2015.09.049](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.049).
 8. Abdulstaar M.A., Al-Fadhalah K.J. Wagner L. Microstructural variation through weld thickness and mechanical properties of peened friction stir welded 6061 aluminum alloy joints // Materials Characterization. 2017. Vol. 126. P. 64–73. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.02.011](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.02.011).
 9. Mc Pherson N.A., Galloway A.M., Cater S.R., Hambling S.J. Friction stir welding of thin DH36 steel plate // Science and Technology of Welding & Joining. 2013. Vol. 18. P. 441–450. DOI: [10.1179/1362171813Y.0000000122](https://doi.org/10.1179/1362171813Y.0000000122).
 10. Baillie P., Campbell S., Galloway A., Cater S.R., Mcpherson N.A. A Comparison of Double Sided Friction Stir Welding in Air and Underwater for 6mm S275 Steel Plate // International Journal of Chemical, Nuclear, Metallurgical and Materials Engineering. 2014. Vol. 8. P. 651–655. DOI: [10.13140/2.1.2306.2400](https://doi.org/10.13140/2.1.2306.2400).
 11. Ericsson M., Sandstrom R. Influence of welding speed on the fatigue of friction stir welds, and comparison with MIG and TIG // International Journal of Fatigue. 2003. Vol. 25. № 12. P. 1379–1387. DOI: [10.1016/S0142-1123\(03\)00059-8](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(03)00059-8).
 12. Yamamoto Y., Ochi H., Sawai T., Ogawa K., Tsujino R., Yasutomi M. Tensile Strength and Fatigue Strength of Friction-Welded SUS304 Stainless Steel Joints-Evaluation of Joint Strength by Deformation Heat Input in Upset Stage and Upset Burn-Off Length // Journal of the Society of Materials Science Japan. 2004. Vol. 53. № 5. P. 512–517. DOI: [10.2472/jsms.53.512](https://doi.org/10.2472/jsms.53.512).
 13. Paventhan R., Lakshminarayanan P.R., Balasubramanian V. Fatigue behaviour of friction welded medium carbon steel and austenitic stainless steel dissimilar joints // Materials and Design. 2011. Vol. 32. № 4. P. 1888–1894. DOI: [10.1016/j.matdes.2010.12.011](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.12.011).
 14. Sahin M. Joining with friction welding of high speed and medium carbon steel // Journal of Materials Processing Technology. 2005. Vol. 168. № 2. P. 168–202. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2004.11.015](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.11.015).
 15. Атамашкин А.С., Приймак Е.Ю., Тулибаев Е.С., Степанчукова А.В. Предел выносливости и механизм разрушения фрикционных сварных соединений геолого-разведочных буровых труб // Черные металлы. 2021. № 5. С. 33–38. DOI: [10.17580/chm.2021.05.06](https://doi.org/10.17580/chm.2021.05.06).
 16. Belkahl Y., Mazouzi A., Lebouachera S.E.I., Hassan A.J., Fides M. Hvizdoš P., Cheniti B., Miroud D. Rotary friction welded C45 to 16NiCr6 steel rods: statistical optimization coupled to mechanical and microstructure approaches // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2021. Vol. 116. P. 2285–2298. DOI: [10.1007/s00170-021-07597-z](https://doi.org/10.1007/s00170-021-07597-z).
 17. Selvamani S.T., Vigneshwar M., Nikhil M., Hariharan S.J., Palanikumar K. Enhancing the Fatigue Properties of Friction Welded AISI 1020 Grade Steel Joints using Post Weld Heat Treatment Process in Optimized Condition // Materials Today: Proceedings. 2019. Vol. 16-2. P. 1251–1258. DOI: [10.1016/j.matpr.2019.05.222](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.05.222).
 18. Mercan S., Aydin S., Özdemir N. Effect of welding parameters on the fatigue properties of dissimilar AISI 2205–AISI 1020 joined by friction welding // International Journal of Fatigue. 2015. Vol. 81. P. 78–90. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2015.07.023](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.07.023).
 19. Barrionuevo G.O., Mullo J.L., Ramos-Grez J.A. Predicting the ultimate tensile strength of AISI 1045 steel and 2017-T4 aluminum alloy joints in a laser-assisted rotary friction welding process using machine learning: a comparison with response surface methodology // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2021. Vol. 116. P. 1247–1257. DOI: [10.1007/s00170-021-07469-6](https://doi.org/10.1007/s00170-021-07469-6).
 20. Лукин В.И., Овсепян С.В., Ковальчук В.Г., Саморук М.Л. Особенности ротационной сварки трением высокожаропрочного никелевого сплава ВЖ175 // Труды ВИАМ. 2017. № 12. С. 3–12. DOI: [10.18577/2307-6046-2017-0-12-1-1](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-12-1-1).
 21. Fang Y., Jiang X., Mo D., Zhu D., Luo Z. A review on dissimilar metals' welding methods and mechanisms with interlayer // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology. 2019. Vol. 102. P. 2845–2863. DOI: [10.1007/s00170-019-03353-6](https://doi.org/10.1007/s00170-019-03353-6).
 22. Кузьмина Е.А., Приймак Е.Ю., Кириленко А.С. Оптимизация параметров ротационной сварки трением разнородных сварных соединений среднеуглеродистых легированных сталей 30ХГСА и 40ХМФА // Металловедение и термическая обработка металлов. 2022. № 10. С. 52–59. DOI: [10.30906/mitom.2022.10.52-59](https://doi.org/10.30906/mitom.2022.10.52-59).
 23. Вилль В.И. Сварка металлов трением. М.: Машиностроение, 1970. 176 с.
 24. Priymak E.Yu., Lobanov M.L., Belikov S.V., Karabanov M.S., Yakovleva I.L. Structure Formation Patterns and Crystallographic Texture in Welded Joints of Medium-Carbon Alloy Steels in the Process of Rotary Friction Welding // Physics of Metals and Metallography. 2022. Vol. 123. № 6. P. 559–566. DOI: [10.1134/S0031918X22060126](https://doi.org/10.1134/S0031918X22060126).
 25. Кузьмина Е.А., Приймак Е.Ю., Кириленко А.С., Сёмка Я.С. Влияние силы нагрева при ротационной сварке трением на механические свойства и механизм разрушения при растяжении разнородных

сварных соединений сталей 30ХГСА и 40ХМФА // Черные металлы. 2022. № 12. С. 49–57. DOI: [10.17580/chm.2022.12.07](https://doi.org/10.17580/chm.2022.12.07).

26. Атамашкин А.С., Приймак Е.Ю. Влияние послесварочного отпуска на механическое поведение фрикционных сварных соединений сталей 32Г2 и 40ХН в условиях многоциклового усталости // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2021. № 3. С. 7–18. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-3-7-18](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-3-7-18).

REFERENCES

- Emre H.E., Kaçar R. Effect of Post Weld Heat Treatment Process on Microstructure and Mechanical Properties of Friction Welded Dissimilar Drill Pipe. *Materials Research*, 2015, vol. 18, no. 3, pp. 503–508. DOI: [10.1590/1516-1439.308114](https://doi.org/10.1590/1516-1439.308114).
- Banerjee A., Ntovas M., Da Silva L., Rahimi S., Wynne B. Inter-relationship between microstructure evolution and mechanical properties in inertia friction welded 8630 low-alloy steel. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 2021, vol. 21, article number 149. DOI: [10.1007/s43452-021-00300-9](https://doi.org/10.1007/s43452-021-00300-9).
- Khadeer Sk.A., Babu P.R., Kumar B.R., Kumar A.S. Evaluation of friction welded dissimilar pipe joints between AISI 4140 and ASTM A 106 Grade B steels used in deep exploration drilling. *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, vol. 56, pp. 197–205. DOI: [10.1016/j.jmapro.2020.04.078](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.04.078).
- Kumar A.S., Khadeer Sk.A., Rajinikanth V., Pahari S., Kumar B.R. Evaluation of bond interface characteristics of rotary friction welded carbon steel to low alloy steel pipe joints. *Materials Science & Engineering A*, 2021, vol. 824, article number 141844. DOI: [10.1016/j.msea.2021.141844](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141844).
- Li P., Wang S., Xia Y., Hao X., Lei Z., Dong H. Inhomogeneous microstructure and mechanical properties of rotary friction welded AA2024 joints. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, vol. 9, no. 3, pp. 5749–5760. DOI: [10.1016/j.jmrt.2020.03.100](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.03.100).
- Nagaraj M., Ravisankar B. Effect of Severe Plastic Deformation on Microstructure and Mechanical Behaviour of Friction-Welded Structural Steel IS2062. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2019, vol. 72, pp. 751–756. DOI: [10.1007/s12666-018-1527-1](https://doi.org/10.1007/s12666-018-1527-1).
- Jeffrey W.S., Thomas G.H., McColskey J.D., Victor F.P., Ramirez A.J. Characterization of mechanical properties, fatigue-crack propagation, and residual stresses in a microalloyed pipeline-steel friction-stir weld. *Materials and Design*, 2015, vol. 88, pp. 632–642. DOI: [10.1016/j.matdes.2015.09.049](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.09.049).
- Abdulstaar M.A., Al-Fadhalah K.J., Wagner L. Microstructural variation through weld thickness and mechanical properties of peened friction stir welded 6061 aluminum alloy joints. *Materials Characterization*, 2017, vol. 126, pp. 64–73. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.02.011](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.02.011).
- Mc Pherson N.A., Galloway A.M., Cater S.R., Hambling S.J. Friction stir welding of thin DH36 steel plate. *Science and Technology of Welding & Joining*, 2013, vol. 18, pp. 441–450. DOI: [10.1179/1362171813Y.0000000122](https://doi.org/10.1179/1362171813Y.0000000122).
- Baillie P., Campbell S., Galloway A., Cater S.R., Mcpherson N.A. A Comparison of Double Sided Friction Stir Welding in Air and Underwater for 6mm S275 Steel Plate. *International Journal of Chemical, Nuclear, Metallurgical and Materials Engineering*, 2014, vol. 8, pp. 651–655. DOI: [10.13140/2.1.2306.2400](https://doi.org/10.13140/2.1.2306.2400).
- Ericsson M., Sandstrom R. Influence of welding speed on the fatigue of friction stir welds, and comparison with MIG and TIG. *International Journal of Fatigue*, 2003, vol. 25, no. 12, pp. 1379–1387. DOI: [10.1016/S0142-1123\(03\)00059-8](https://doi.org/10.1016/S0142-1123(03)00059-8).
- Yamamoto Y., Ochi H., Sawai T., Ogawa K., Tsujino R., Yasutomi M. Tensile Strength and Fatigue Strength of Friction-Welded SUS304 Stainless Steel Joints-Evaluation of Joint Strength by Deformation Heat Input in Upset Stage and Upset Burn-Off Length. *Journal of the Society of Materials Science Japan*, 2004, vol. 53, no. 5, pp. 512–517. DOI: [10.2472/jsms.53.512](https://doi.org/10.2472/jsms.53.512).
- Paventhana R., Lakshminarayanan P.R., Balasubramanian V. Fatigue behaviour of friction welded medium carbon steel and austenitic stainless steel dissimilar joints. *Materials and Design*, 2011, vol. 32, no. 4, pp. 1888–1894. DOI: [10.1016/j.matdes.2010.12.011](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.12.011).
- Sahin M. Joining with friction welding of high speed and medium carbon steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 2005, vol. 168, no. 2, pp. 168–202. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2004.11.015](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2004.11.015).
- Atamashkin A.S., Priymak E.Yu., Tulibaev E.S., Stepanchukova A.V. Endurance limit and mechanism of fracture of friction welded joints of exploration drill pipes in the conditions of multi-cycle fatigue. *Chernye metally*, 2021, no. 5, pp. 33–38. DOI: [10.17580/chm.2021.05.06](https://doi.org/10.17580/chm.2021.05.06).
- Belkahlia Y., Mazouzi A., Lebouachera S.E.I., Hassan A.J., Fides M., Hvizdoš P., Cheniti B., Miroud D. Rotary friction welded C45 to 16NiCr6 steel rods: statistical optimization coupled to mechanical and microstructure approaches. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2021, vol. 116, pp. 2285–2298. DOI: [10.1007/s00170-021-07597-z](https://doi.org/10.1007/s00170-021-07597-z).
- Selvamani S.T., Vigneshwar M., Nikhil M., Hariharan S.J., Palanikumar K. Enhancing the Fatigue Properties of Friction Welded AISI 1020 Grade Steel Joints using Post Weld Heat Treatment Process in Optimized Condition. *Materials Today: Proceedings*, 2019, vol. 16-2, pp. 1251–1258. DOI: [10.1016/j.matpr.2019.05.222](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2019.05.222).
- Mercan S., Aydin S., Özdemir N. Effect of welding parameters on the fatigue properties of dissimilar AISI 2205–AISI 1020 joined by friction welding. *International Journal of Fatigue*, 2015, vol. 81, pp. 78–90. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2015.07.023](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.07.023).
- Barrionuevo G.O., Mullo J.L., Ramos-Grez J.A. Predicting the ultimate tensile strength of AISI 1045 steel and 2017-T4 aluminum alloy joints in a laser-assisted rotary friction welding process using machine learning: a comparison with response surface methodology. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2021, vol. 116, pp. 1247–1257. DOI: [10.1007/s00170-021-07469-6](https://doi.org/10.1007/s00170-021-07469-6).
- Lukin V.I., Ovsepyan S.V., Kovalchuk V.G., Samorukov M.L. Features of rotary friction welding of high-temperature nickel alloy VZh175. *Trudy VIAM*, 2017, no. 12, pp. 3–12. DOI: [10.18577/2307-6046-2017-0-12-1-1](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-12-1-1).
- Fang Y., Jiang X., Mo D., Zhu D., Luo Z. A review on dissimilar metals' welding methods and mechanisms with interlayer. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, vol. 102, pp. 2845–2863. DOI: [10.1007/s00170-019-03353-6](https://doi.org/10.1007/s00170-019-03353-6).

22. Kuzmina E.A., Priymak E.Yu., Kirilenko A.S. Optimization of parameters of friction stir welded unlike joints of medium-carbon alloy steels 30KhGSA and 40KhMFA. *Metal Science and Heat Treatment*, 2023, vol. 64, no. 9-10, pp. 596–602. DOI: [10.1007/s11041-023-00855-9](https://doi.org/10.1007/s11041-023-00855-9).
23. Vill V.I. *Svarka metallov treniem* [Friction welding of metals]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1970. 176 p.
24. Priymak E.Yu., Lobanov M.L., Belikov S.V., Karabanalov M.S., Yakovleva I.L. Structure Formation Patterns and Crystallographic Texture in Welded Joints of Medium-Carbon Alloy Steels in the Process of Rotary Friction Welding. *Physics of Metals and Metallography*, 2022, vol. 123, no. 6, pp. 559–566. DOI: [10.1134/S0031918X22060126](https://doi.org/10.1134/S0031918X22060126).
25. Kuzmina E.A., Priymak E.Yu., Kirilenko A.S., Semka Ya.S. Influence of the heating force in rotational friction welding on mechanical properties and tensile fracture mechanism of dissimilar welded joints of 30KhGSA and 40KhMFA steels. *Chernye metally*, 2022, no. 12, pp. 49–57. DOI: [10.17580/chm.2022.12.07](https://doi.org/10.17580/chm.2022.12.07).
26. Atamashkin A.S., Priymak E.Yu. The influence of postweld tempering on mechanical behavior of friction welded joints of 32G2 and 40HN steels under high-cycle fatigue. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2021, no. 3, pp. 7–18. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-3-7-18](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-3-7-18).

Fatigue strength of 30ХГСА–40ХМФА welded joints produced by rotary friction welding

© 2023

Elena Yu. Priymak*^{1,2,4}, PhD (Engineering), Head of the Laboratory of Metal Science and Heat Treatment, assistant professor of Chair of Materials Science and Technology of Materials

Elena A. Kuzmina¹, Head of Technical Department

Sergey V. Gladkovskii^{3,5}, Doctor of Sciences (Engineering), chief researcher

Dmitry I. Vichuzhanin^{3,6}, PhD (Engineering), senior researcher

Valeria E. Veselova^{3,7}, junior researcher

¹ZBO Drill Industries, Inc., Orenburg (Russia)

²Orenburg State University, Orenburg (Russia)

³Institute of Engineering Science of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)

*E-mail: elena-pijmak@yandex.ru

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4571-2410>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3542-6242>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6508-6859>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4955-6435>

Received 02.11.2022

Accepted 16.02.2023

Abstract: Rotary friction welding (RFW) is used in the production of drill pipes for solid mineral prospecting. The need for the creation of the lightened drill strings for high-speed diamond drilling of ultradeep wells dictates the necessity of a greater focus on the study of a weld zone and setting the RFW technological parameters. This paper presents the results of experimental studies of a welded joint of a drill pipe of the H standard size according to ISO 10097, made of the 30ХГСА (pipe body) and 40ХМФА (tool joint) steels under the cyclic loads. The authors evaluated the influence of the force applied to the workpieces in the process of friction of the contacting surfaces (force during heating), and postweld tempering at a temperature of 550 °C on the cyclic life of welded joints, under the conditions of alternate tension-compression at the cycle amplitude stress of ± 420 MPa. The study determined that with an increase in the force during heating, the microstructure changes occur in the zone of thermomechanical influence, contributing to an increase in the fatigue strength of welded joints. The authors identified the negative effect of postweld tempering on the fatigue strength of welded joints, which is expressed in the decrease in the number of cycles before failure by 15–40 %, depending on the magnitude of the force during heating. The optimal RFW mode of the specified combination of steels is determined, which provides the largest number of cycles before failure: the force during heating (at friction) $F_h=120$ kN, forging force $F_{for}=160$ kN, rotational frequency during heating $n=800$ Rpm, and upset during heating $l=8$ mm. A series of fatigue tests have been carried out at various values of the cycle amplitude stress of the welded joint produced at the optimal mode and the 30ХГСА steel base metal; limited endurance curves have been plotted. It is shown that the differences in the limited endurance curves of the pipe body material (30ХГСА steel) and the welded joint are insignificant. The obtained results are supplemented by the microhardness measurement data and fractographs of fractured samples, revealing the mechanism of crack propagation under the cyclic loads.

Keywords: rotary friction welding; drill pipes; welded joint; fatigue strength; limited endurance curve; 30ХГСА steel; 40ХМФА steel.

Acknowledgments: The reported study was funded by RFBR according to the research project No. 20-38-90032.

To perform mechanical tests, the equipment of the “Plastometry” Core Facility Center of Institute of Engineering Science of the UB RAS was used.

For citation: Priymak E.Yu., Kuzmina E.A., Gladkovskii S.V., Vichuzhanin D.I., Veselova V.E. Fatigue strength of 30ХГСА–40ХМФА welded joints produced by rotary friction welding. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 1, pp. 69–81. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-1-69-81](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-1-69-81).

НАШИ АВТОРЫ

Антохин Михаил Сергеевич, магистрант
кафедры «Технологии соединения и обработки материалов».
Адрес: Калужский филиал
Московского государственного технического университета имени Н.Э. Баумана,
248000, Россия, г. Калуга, ул. Баженова, 2.
E-mail: antokhin.mc@yandex.ru.

Бао Фэнюань, младший научный сотрудник, инженер-исследователь.
Адрес: Комсомольский-на-Амуре государственный университет,
681013, Россия, г. Комсомольск-на-Амуре, пр-т Ленина, 27.
E-mail: bao5413@qq.com

Башков Олег Викторович, доктор технических наук, профессор,
заведующий кафедрой «Материаловедение и технология новых материалов».
Адрес: Комсомольский-на-Амуре государственный университет,
681013, Россия, г. Комсомольск-на-Амуре, пр-т Ленина, 27.
E-mail: bashkov@knastu.ru

Башкова Татьяна Игоревна, кандидат технических наук, доцент
Адрес: Комсомольский-на-Амуре государственный университет,
681013, Россия, г. Комсомольск-на-Амуре, пр-т Ленина, 27.
E-mail: telem01@mail.ru

Валекжанин Илья Владимирович, кандидат технических наук,
начальник отдела.
Адрес: ООО «РН-БашНИПИнефть»,
450006, Россия, г. Уфа, ул. Ленина, 86.
E-mail: ValekzhaninIV@bnipi.rosneft.ru

Веселова Валерия Евгеньевна, младший научный сотрудник.
Адрес: Институт машиноведения имени Э.С. Горкунова УрО РАН,
620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.
E-mail: veselova@imach.uran.ru

Вичужанин Дмитрий Иванович, кандидат технических наук,
старший научный сотрудник.
Адрес: Институт машиноведения имени Э.С. Горкунова УрО РАН,
620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.
E-mail: mmm@imach.uran.ru

Гладковский Сергей Викторович, доктор технических наук,
главный научный сотрудник.
Адрес: Институт машиноведения имени Э.С. Горкунова УрО РАН,
620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.
E-mail: gsv@imach.uran.ru

Зыбин Игорь Николаевич, кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры «Технологии соединения и обработки материалов».
Адрес: Калужский филиал
Московского государственного технического университета имени Н.Э. Баумана,
248000, Россия, г. Калуга, ул. Баженова, 2.
E-mail: igor.zybin@mail.ru

Кузьмина Елена Александровна, начальник технического отдела.
Адрес: АО «Завод бурового оборудования»,
460026, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 118.
E-mail: kuzmina0902@yandex.ru

Люй Лань, аспирант.

Адрес 1: Комсомольский-на-Амуре государственный университет,
681013, Россия, г. Комсомольск-на-Амуре, пр-т Ленина, 27.

Адрес 2: Хэйлунцзянский университет науки и технологий,
150022, Китай, г. Харбин, ул. Пуюань, 2468.

E-mail: lvlan1980@163.com

Макатров Артем Константинович, кандидат технических наук,
начальник управления.

Адрес: ООО «РН-БашНИПИнефть»,
450006, Россия, г. Уфа, ул. Ленина, 86.

E-mail: MakatrovAK@bnipi.rosneft.ru

Малинин Андрей Владимирович, кандидат технических наук,
заместитель генерального директора.

Адрес: ООО «РН-БашНИПИнефть»,
450006, Россия, г. Уфа, ул. Ленина, 86.

E-mail: MalininAV@bnipi.rosneft.ru

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

Адрес: Филиал Тюменского индустриального университета в г. Нижневартовске,
628609, Россия, г. Нижневартовск, ул. Ленина, 2/П.

E-mail: Andreymarkin2022@yandex.ru

Мерсон Дмитрий Львович, доктор физико-математических наук, профессор,
директор НИИ прогрессивных технологий.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: D.Merson@tltsu.ru

Мерсон Евгений Дмитриевич, кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: mersoned@gmail.com

Мурашкин Сергей Викторович, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».

Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: SV.Murashkin@yandex.ru

Мягких Павел Николаевич, младший научный сотрудник
НИИ прогрессивных технологий.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: feanorhao@gmail.com

Полуянов Виталий Александрович, кандидат технических наук,
младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: vitaliy.poluyanov@gmail.com

Приймак Елена Юрьевна, кандидат технических наук,
заведующий лабораторией материаловедения и термической обработки,
доцент кафедры материаловедения и технологии материалов.

Адрес 1: АО «Завод бурового оборудования»,
460026, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 118.

Адрес 2: Оренбургский государственный университет,
460018, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 13.

E-mail: elena-pijjmak@yandex.ru

Савина Елена Борисовна, магистр.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: ellseb@mail.ru

Селиванов Александр Сергеевич, кандидат технических наук,
директор института машиностроения.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: selivas@inbox.ru

Ситдииков Виль Даянович, доктор физико-математических наук,
заведующий лабораторией.

Адрес: ООО «РН-БашНИПИнефть»,
450006, Россия, г. Уфа, ул. Ленина, 86.
E-mail: SitdikovVD@bnipi.rosneft.ru

Спиридонов Николай Германович, аспирант,

ассистент кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».

Адрес: Тольяттинский государственный университет,
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: spiridonov.nikol@yandex.ru

Ткачева Валерия Эдуардовна, кандидат технических наук, доцент,
главный специалист.

Адрес: ООО «РН-БашНИПИнефть»,
450006, Россия, г. Уфа, ул. Ленина, 86.
E-mail: TkachevaVE@bnipi.rosneft.ru

Чжан Дан, доктор технических наук, профессор,

заведующий лабораторией «Машиностроение».

Адрес: Хэйлунцзянский университет науки и технологий,
150022, Китай, г. Харбин, ул. Пуюань, 2468.
E-mail: hkdzhangdan@163.com

OUR AUTHORS

Antokhin Mikhail Sergeevich, graduate student of Chair of Material Bonding and Processing Technology.
Address: Kaluga Branch of Bauman Moscow State Technical University, 248000, Russia, Kaluga, Bazhenov Street, 2.
E-mail: antokhin.mc@yandex.ru.

Bao Fengyuan, junior researcher, research engineer.
Address: Komsomolsk-na-Amure State University, 681013, Russia, Komsomolsk-on-Amur, Lenin Prospekt, 27.
E-mail: bao5413@qq.com

Bashkov Oleg Viktorovich, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of Chair of Materials Science and Technology of Advanced Materials.
Address: Komsomolsk-na-Amure State University, 681013, Russia, Komsomolsk-on-Amur, Lenin Prospekt, 27.
E-mail: bashkov@knastu.ru

Bashkova Tatiana Igorevna, PhD (Engineering), Associate Professor.
Address: Komsomolsk-na-Amure State University, 681013, Russia, Komsomolsk-on-Amur, Lenin Street, 27.
E-mail: telem01@mail.ru

Gladkovskii Sergey Viktorovich, Doctor of Sciences (Engineering), chief researcher.
Address: Gorkunov Institute of Engineering Science of the UB RAS, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.
E-mail: gsv@imach.uran.ru

Kuzmina Elena Aleksandrovna, Head of Technical Department.
Address: ZBO Drill Industries, Inc., 460026, Russia, Orenburg, Prospekt Pobedy, 118.
E-mail: kuzmina0902@yandex.ru

Lyu Lan, graduate student.
Address 1: Komsomolsk-na-Amure State University, 681013, Russia, Komsomolsk-on-Amur, Lenin Prospekt, 27.
Address 2: Heilongjiang University of Science and Technology, 150022, China, Harbin, Puyuan Street, 2468.
E-mail: lvlan1980@163.com

Makatrov Artem Konstantinovich, PhD (Engineering), Head of the Department.
Address: LLC "RN-BashNIPIneft", 450006, Russia, Ufa, Lenin Street, 86.
E-mail: MakatrovAK@bnipi.rosneft.ru

Malinin Andrey Vladimirovich, PhD (Engineering), Deputy Director.
Address: LLC "RN-BashNIPIneft", 450006, Russia, Ufa, Lenin Street, 86.
E-mail: MalininAV@bnipi.rosneft.ru

Markin Andrey Nikolaevich, PhD (Engineering), assistant professor of Chair "Oil and Gas Engineering".
Address: Branch of Industrial University of Tyumen in Nizhnevartovsk, 628609, Russia, Nizhnevartovsk, Lenin Street, 2/P.
E-mail: Andreymarkin2022@yandex.ru

Merson Dmitry Lvovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Director of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: D.Merson@tltsu.ru

Merson Evgeny Dmitrievich, PhD (Physics and Mathematics),
senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: mersoned@gmail.com

Murashkin Sergey Viktorovich, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: SV.Murashkin@yandex.ru

Myagkikh Pavel Nikolaevich, junior researcher
of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: feanorhao@gmail.com

Poluyanov Vitaly Aleksandrovich, PhD (Engineering),
junior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: vitaliy.poluyanov@gmail.com

Priymak Elena Yurievna, PhD (Engineering),
Head of the Laboratory of Metal Science and Heat Treatment,
assistant professor of Chair of Materials Science and Technology of Materials.
Address 1: ZBO Drill Industries, Inc.,
460026, Russia, Orenburg, Prospekt Pobedy, 118.
Address 2: Orenburg State University,
460018, Russia, Orenburg, Prospekt Pobedy, 13.
E-mail: elena-pijmak@yandex.ru

Savina Elena Borisovna, master.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: ellseb@mail.ru

Selivanov Aleksandr Sergeevich, PhD (Engineering),
Director of the Institute of Mechanical Engineering.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: selivas@inbox.ru

Sitdikov Vil Dayanovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
Head of the laboratory.
Address: LLC “RN-BashNIPIneft”,
450006, Russia, Ufa, Lenin Street, 86.
E-mail: SitdikovVD@bnipi.rosneft.ru

Spiridonov Nikolay Germanovich, postgraduate student,
assistant of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: spiridonov.nikol@yandex.ru

Tkacheva Valeria Eduardovna, PhD (Engineering),
Associate Professor, Chief Specialist.
Address: LLC “RN-BashNIPIneft”,
450006, Russia, Ufa, Lenin Street, 86.
E-mail: TkachevaVE@bnipi.rosneft.ru

Valekzhanin Ilya Vladimirovich, PhD (Engineering),
Head of the Department.
Address: LLC “RN-BashNIPIneft”,
450006, Russia, Ufa, Lenin Street, 86.
E-mail: ValekzhaninIV@bnipi.rosneft.ru

Veselova Valeria Evgenievna, junior researcher.
Address: Institute of Engineering Science of Ural Branch
of the Russian Academy of Sciences,
620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.
E-mail: veselova@imach.uran.ru

Vichuzhanin Dmitry Ivanovich, PhD (Engineering), senior researcher.
Address: Institute of Engineering Science
of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.
E-mail: mmm@imach.uran.ru

Zhang Dan, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
Head of Mechanical Engineering Laboratory.
Address: Heilongjiang University of Science and Technology,
150022, China, Harbin, Puyuan Street, 2468.
E-mail: hkdzhangdan@163.com

Zybin Igor Nikolaevich, PhD (Engineering), Associate Professor,
assistant professor of Chair of Material Bonding and Processing Technology.
Address: Kaluga Branch of Bauman Moscow State Technical University,
248000, Russia, Kaluga, Bazhenov Street, 2.
E-mail: igor.zybin@mail.ru

На обложке: Излом образца сплава ZK60, испытанного на растяжение в атмосфере воздуха при низкой скорости деформации (увеличение 13 крат). Автор фото: Е.Д. Мерсон, к. ф.-м. н., старший научный сотрудник (Институт прогрессивных технологий, Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).