
Diagnostics, Resource and Mechanics *of materials and structures*

Главный редактор: **Горкунов Эдуард Степанович** – академик РАН, д.т.н.

Заместители главного редактора: **Сергей Витальевич Смирнов**, д.т.н.; **Сергей Викторович Гладковский**, д.т.н.

Редакционный совет:

Председатель совета – **Горкунов Эдуард Степанович**, академик РАН, д.т.н. (Россия)

Буренин Анатолий Александрович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Гольдштейн Роберт Вениаминович, д.ф.-м.н., член-корр. РАН (Россия)

Горячева Ирина Георгиевна, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Грум Янец, Ph.D, (Республика Словения)

Лебедев Михаил Петрович, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)

Леонтьев Леопольд Игоревич, академик РАН, д.т.н. (Россия)

Ломакин Евгений Викторович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Матвеев Валерий Павлович, академик РАН, д.т.н. (Россия)

Махутов Николай Андреевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)

Миховски Митко Минков, д.т.н. (Республика Болгария)

Морозов Никита Федорович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Москвичев Владимир Викторович, д.т.н. (Россия)

Панин Сергей Викторович, д.т.н. (Россия)

Псахье Сергей Григорьевич, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Фомин Василий Михайлович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)

Редакционная коллегия:

Главный редактор – **Горкунов Эдуард Степанович**, академик РАН, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – **Смирнов Сергей Витальевич**, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – **Гладковский Сергей Викторович**, д.т.н. (Екатеринбург)

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва)

Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск)

Беляев Александр Константинович, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург)

Березовская Вера Владимировна, д.т.н., (Екатеринбург)

Богатов Александр Александрович, д.т.н. (Екатеринбург)

Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)

Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)

Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург)

Георгиев Младен Николов, д.т.н. (София, Республика Болгария)

Дегтярь Владимир Григорьевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Миасс)

Емельянов Игорь Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)

Задворкин Сергей Михайлович, к.ф.-м.н. (Екатеринбург)

Залазинский Александр Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)

Коновалов Анатолий Владимирович, д.т.н. (Екатеринбург)

Костин Владимир Николаевич, д.т.н. (Екатеринбург)

Макаров Алексей Викторович, д.т.н. (Екатеринбург)

Мержиевский Лев Алексеевич, д.т.н. (Новосибирск)

Мулюков Радик Рафикович, д.ф.-м.н. (Уфа)

Муравьев Виталий Васильевич, д.т.н. (Ижевск)

Ничипурук Александр Петрович, д.т.н. (Екатеринбург)

Плехов Олег Анатольевич, д.ф.-м.н. (Пермь)

Поволоцкая Анна Моисеевна, к.т.н. (Екатеринбург)

Пугачева Наталия Борисовна, д.т.н. (Екатеринбург)

Пышминцев Игорь Юрьевич, д.т.н. (Челябинск)

Ринкевич Анатолий Брониславович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)

Саврай Роман Анатольевич, к.т.н. (Екатеринбург)

Смирнов Александр Сергеевич, к.т.н. (Екатеринбург)

Субачев Юрий Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)

Ульянов Александр Иванович, д.т.н. (Ижевск)

Худорожкова Юлия Викторовна, к.т.н. (Екатеринбург)

Верстакова Елена Евгеньевна – редактор перевода текста на английский язык

Циклина Ирина Михайловна – редактор текста

Блащаневич Екатерина Владимировна – помощник редактора

Лобова Любовь Николаевна – помощник редактора

Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора

Шакиров Рауль Нурувич, к.т.н. – администратор сайта журнала

Адрес редакции:

Россия, 620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34., ИМАШ УРО РАН

телефон: +7 (343) 375 35 83, факс +7 (343) 374-53-30

e-mail: dream-journal@mail.ru

http://dream-journal.org

CONTENTS

Editorial	5
 NONDESTRUCTIVE TESTING AND DIAGNOSTICS OF MATERIAL PROPERTIES AND THEIR DEGRADATION IN USE	
Gorkunov E. S. Magnetic structural-phase analysis as applied to diagnosing and evaluating the lifetime of products and structural components. Part 1.	6
Mikhovski M. Use of elastic wave reflection mechanism for determining contact stresses in shrouded tools.	41
 MECHANICS OF STRENGTH, DAMAGE, WEAR AND FRACTURE OF MATERIALS THROUGHOUT THE PRODUCT LIFECYCLE, FROM DESIGN TO WITHDRAWAL	
Kryuchkov D. I., Zalazinskiy A. G., Berezin I. M., Romanova O. V. Modelling of compaction of titanium composite powders.	48
 THE RELATION OF THE STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION TO THE PHYSICAL-MECHANICAL PROPERTIES OF MATERIALS IN USE UNDER EXTREME CONDITIONS	
Smirnov A. S., Konovalov A. V., Muizemnek O. Yu. Modelling and simulation of strain resistance of alloys taking into account barrier effects.	61
 EVALUATION OF THE SERVICE LIFE OF TECHNICAL OBJECTS AND PREDICTION OF THEIR DURABILITY, RELIABILITY AND SURVIVABILITY, LONGEVITY TESTING, EXAMINATION OF FRACTURE	
Vichuzhanin D. I., Khotinov V. A., Smirnov S. V. Stress state influence on plasticity limit of grade X80 steel.	73
 SCIENTIFIC FOUNDATIONS FOR MATERIAL DESIGN AND DEVELOPMENT OF EFFECTIVE TECHNOLOGIES OF MAKING MACHINE PARTS AND STRUCTURES, INCLUDING THOSE TO BE OPERATED UNDER EXTREME CONDITIONS	
Koroleva L. F. Nanoparticulate zirconia-modified solid solutions of aluminum-iron oxides for polishing titanium metal.	90

СОДЕРЖАНИЕ

От редакции	5
 НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ, ДИАГНОСТИКА И ИСПЫТАНИЯ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ И ИХ ДЕГРАДАЦИИ ПРИ ЭКСПЛУАТАЦИИ	
Горкунов Э. С. Использование магнитного структурно-фазового анализа для диагностики и оценки ресурса изделий и элементов конструкций. Часть 1.	6
Миховски М. Использование механизма отражения упругих волн для определения контактных напряжений в бандажированных инструментах.	41
 МЕХАНИКА ПРОЧНОСТИ, ПОВРЕЖДЕННОСТИ, ИЗНАШИВАНИЯ И РАЗРУШЕНИЯ МАТЕРИАЛОВ НА ПРОТЯЖЕНИИ ВСЕГО ЖИЗНЕННОГО ЦИКЛА ИЗДЕЛИЙ ОТ ПРОЕКТИРОВАНИЯ ДО ВЫВОДА ИЗ ЭКСПЛУАТАЦИИ	
Крючков Д. И., Залазинский А. Г., Березин И. М., Романова О. В. Моделирование процессов компактирования титановых композитов из порошкообразного сырья.	48
 СВЯЗЬ СТРУКТУРЫ, ФАЗОВОГО СОСТАВА И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ЭКСПЛУАТАЦИИ В ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ УСЛОВИЯХ	
Смирнов А. С., Коновалов А. В., Муйземнек О. Ю. Моделирование сопротивления деформации сплавов с учетом барьерных эффектов.	61
 ОЦЕНКА РЕСУРСА И ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ДОЛГОВЕЧНОСТИ, НАДЕЖНОСТИ, ЖИВУЧЕСТИ ТЕХНИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ, РЕСУРСНЫЕ ИСПЫТАНИЯ, ЭКСПЕРТИЗА РАЗРУШЕНИЯ	
Вичужанин Д. И., Хотинков В. А., Смирнов С. В. Влияние напряженного состояния на предельную пластичность трубной стали группы прочности Х80.	73
 НАУЧНЫЕ ОСНОВЫ ДИЗАЙНА МАТЕРИАЛОВ И РАЗРАБОТКИ ЭФФЕКТИВНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ДЕТАЛЕЙ МАШИН И КОНСТРУКЦИЙ, В ТОМ ЧИСЛЕ ДЛЯ ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ УСЛОВИЙ	
Королева Л. Ф. Нанодисперсные модифицированные диоксидом циркония твердые растворы оксидов алюминия и железа для полирования титана.	90

EDITORIAL

Dear Colleagues,

Here is the first issue of the journal *Diagnosics, Resource and Mechanics of materials and structures* (in brief *DReaM*). We hope that the information published in the journal will prove interesting and useful for the readers.

The journal is founded by the Institute of Engineering Science of the Russian Academy of Sciences (Ural Branch).

For more than ten years the Institute has been holding conferences on mechanics, lifetime and diagnostics of materials and structures. The latest conference approved the initiation of the journal. The journal will maintain the best traditions and scope of our conferences.

Our goals:

- ✓ to elucidate urgent problems and modern achievements in solving fundamental and applied problems of the integrated evaluation of the service life of technical objects, prediction of their durability and survivability by methods of material science, nondestructive testing and mechanics;

- ✓ to inform the readers of advanced experience gained by the world community in implementing scientific developments.

After the first issue is released, the journal will be included in the system of Russian Science Citation Index (RSCI). The full texts of the papers accepted for publication are located on the website. The editorial staff will take all the necessary measures for the journal to be indexed in the international databases and entered in [Scopus](#) and [Web of Science](#).

The journal publishes papers with original results obtained in basic and applied research in the fields of mechanics, material science and non-destructive testing. You can find our journal sections at: <http://dream-journal.org/>

Frequency: 6 issues per year.

In order to extend the insight into the state of the art in the fields of knowledge within the scope of the journal, the latter offers an opportunity to publish papers in Russian or in English.

The access to the full texts on the website is free, no publication fee is charged, the authors are not paid any fee.

Welcome to our journal!

E. Gorkunov,
editor-in-chief

ОТ РЕДАКЦИИ

Уважаемые коллеги, мы выпускаем первый номер журнала “*Diagnosics, Resource and Mechanics of materials and structures*” (сокращенное название «DReaM») и надеемся, что он будет интересен и полезен читателям.

Учредителем журнала является Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук (ИМАШ УрО РАН).

Институт более десяти лет проводит Всероссийские конференции «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций» и на последней из них было одобрено решение о создании журнала. Создавая наш журнал, мы постарались перенести в него лучшие традиции и тематику наших конференций.

Цели журнала:

- ✓ Оперативно освещать актуальные проблемы и современные достижения специалистов при решении научных и прикладных задач комплексной оценки ресурса, прогнозировании долговечности и живучести технических объектов методами материаловедения, неразрушающего контроля и механики.

- ✓ Знакомить читателей с передовым опытом внедрения научных разработок, накопленным мировым сообществом.

После выхода первого номера журнал планируется включить в систему Российского индекса научного цитирования (РИНЦ). Редакция предпримет все необходимые действия для индексирования журнала в международных базах данных и вхождения в [Scopus](#) и [Web of Science](#).

Журнал публикует научные статьи с результатами оригинальных фундаментальных и прикладных исследований по механике, материаловедению и неразрушающему контролю. С направлениями работы журнала Вы можете ознакомиться на нашем сайте <http://dream-journal.org/>

Периодичность издания журнала – 6 номеров в год. Статьи, принятые к публикации, размещаются в полнотекстовом формате на сайте журнала.

Для расширения представлений о современном состоянии областей знаний, представленных в журнале, редакция предоставляет возможность публикации материалов на русском или на английском языках.

Доступ к полным текстам статей на сайте журнала свободный. Плата за публикацию статей в журнале не взимается, гонорары авторам не выплачиваются. Приветствуются обзорные работы.

Приглашаем всех желающих к сотрудничеству.

Главный редактор,
Э. С. Горкунов

MAGNETIC STRUCTURAL-PHASE ANALYSIS AS APPLIED TO DIAGNOSING AND EVALUATING THE LIFETIME OF PRODUCTS AND STRUCTURAL COMPONENTS PART 1

E. S. Gorkunov^{1*}

¹ *Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: ges@imach.uran.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 374-47-25; fax: +7 (343) 374-53-30.

This paper initiates a survey of original papers on various divisions of magnetic structural-phase analysis. A schematic “tree of magnetic structural-phase analysis” has been drawn up, which offers an insight into the state of the art and prospects in the application of magnetic techniques to evaluating the structural state, phase composition and physical-mechanical properties of rolled stock, heat-treated steel and cast-iron products, to the nondestructive testing of the depth and hardness of layers in face-hardened products; it also gives an idea of laboratory and in-situ procedures of performing a magnetic phase analysis. Considering that the survey is extensive, it is divided into several parts.

Keywords: structure, phase composition, magnetic properties, hardness, heat treatment, magnetic characteristics, testing devices, attached electromagnets.

References

1. Kryloff M. Balance electro-magnetique pour lessal des proprietes des asiers et des fers. *Revur Metallurgie*, 1905, no. 2, pp. 425–440.
2. Mikheev M.N., Gorkunov E.S. *Magnitnye metody strukturnogo analiza i nerazrushayushchego kontrolya* [Magnetic methods of structural analysis and nondestructive testing]. Moscow, Nauka Publ., 1993. 251 p. (In Russian).
3. Scherbinin V.E., Gorkunov E.S. *Magnitnyi control kachestva metallov* [Magnetic testing of the quality of metals]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 1996. 264 p. (In Russian).
4. Gorkunov E.S., Ulyanov A.I. *Magnitnye metody i pribory kontrolya kachestva izdelii poroshkovo metallurgii* [Magnetic methods and devices for testing the quality of powdered metal products]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 1996. 204 p. (In Russian).
5. Yensen T.D., Ziegler N.A. Magnetic properties of iron as affected by carbon, oxygen and grain-size. *Trans. Amer. Soc. Met.*, 1935, vol. 23, pp. 556–557.
6. Sizoo G.J. Über den Zusammenhang zwischen Korngröße und magnetischen Eigenschaften bei reinem Eisen. *Ztschr. Phys*, 1928, Bd. I, ss. 557–561.
7. Gutnov R.D., Sukhotin B.N., Sokol I.Ya. *Proizvodstvo nizkouglerodistogo zheleza* [Production of low-carbon iron]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1973, pp. 7–20. (In Russian).
8. Litvinenko D.A., Matrosov J.I. Steel properties affected by controlled rolling. *Stal*, 1974, no. 10, pp. 931–936. (In Russian).
9. Drege V. *Stal kak konstruktsyonnyi material* [Steel as a structural material]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1967, 375 p. (In Russian).
10. Kogan L.I., Kleiner I.M., Entin R.I. Peculiarities of austenite transformation in alloyed low-carbon steels. *FMM*, 1976, vol. 41, iss. 1, pp. 118–123. (In Russian).
11. Oding I.A. *Prochnost metallov* [Strength of metals]. Moscow –Leningrad, ONTI MetP Publ., 1957, 565 p. (In Russian).
12. Bernstein M.I. *Struktura deformirovannykh splavov* [The structure of deformed alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1977, 430 p. (In Russian).

13. Vister G.I., Dal V., Hengstenberg H. Effect of the conditions of rolling (in particular, the temperature at the end of rolling) on the mechanical properties of low-alloyed and low-carbon steels. *Chiornye metally*, 1962, no. 17, pp. 34–46. (In Russian).
14. Kneller E. *Ferromagnetismus*. Berlin, Göttingen, Heidelberg: Springer-Verlag Publ., 1962, 792 p.
15. Lifshitz B.G. *Fizicheskie svoistva metallov i splavov* [The physical properties of metals and alloys]. Moscow, Mashgiz Publ., 1959, 368 p. (In Russian).
16. Mel'gui M.A., Vostrikov A.A., Zborovskii A.A. Magnetic inspection of the mechanical properties of cold-rolled steel sheet. *The Soviet journal of nondestructive testing*, 1971, vol. 7, no. 3, pp. 248–252.
17. Bida G.V., Gorkunov E.S., Shevnin V.M. *Magnitnyi control mekhanicheskikh svoistv prokata* [Magnetic testing of the mechanical properties of rolled products]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 2002, 251 p. (In Russian).
18. Mikheev M.N., Gorkunov E.S. Magnetic method of nondestructive testing of the structure condition and strength characteristics of heat-treated parts (review). *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1985, vol. 21, no. 5, pp. 330–333.
19. Gorkunov E.S. Magnetic structure and phase analysis of ferromagnetic steels and alloys. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 1991, no. 4, pp. 231–259.
20. Morozova V.M., Mikheev M.N. Magnetic and electric properties of quenched and tempered carbon steels. *Tr. IFM AN SSSR*, 1965, iss. 24, pp. 26–35. (In Russian).
21. Mikheev M.N., Zhukova P.N., Tomilov G.S. Magnetic electric properties of differently heat-treated alloyed steels. *Tr. IFM AN SSSR*, 1954, iss. 15, pp. 90–102. (In Russian).
22. Mikheev M.N., Somova V.M., Gorkunov E.S. Magnetic inspection for quality control of heat treatment of products made of structural steel grades 45 and 50. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1980, no. 7, pp. 495–500.
23. Mikheev M.N., Gorkunov E.S. Magnetic methods of testing the quenching and subsequent tempering of products made of low-alloyed and structural steels. *Tr. IFM AN SSSR*, 1979, iss. 37, pp. 3–14. (In Russian).
24. Mikheev M.N., Gorkunov E.S., Somova V.M., Kut'kin A.B. Interrelation of the magnetic and mechanical properties with the structural state of hardened and tempered products. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1982, vol. 18, no. 9, pp. 725–732.
25. Zhukova P.N., Mikheev M.N. Magnetic properties of differently heat-treated chromium-nickel-molybdenum steels. *ZhTF*, 1948, vol. 18, iss. 2, pp. 187–196. (In Russian)
26. Kuznetsov I.A., Bagrov A.I., Radionova L.Kh., Somova V.M. Magnetic, electrical and mechanical properties of steel 35SGM after hardening and tempering. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1978, vol. 14, no. 7, pp. 609–614.
27. Gorkunov E.S., Mikheev M.N., Dunaev F.N. Effects of heat treatment on the magnetic and electrical properties of 18KhNVA, 34KhN3M, and U9A steels. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1975, no. 3, pp. 368–373.
28. Mikheev M.N., Gorkunov E.S. Magnetic methods of monitoring Quality of heat treatment. Melbourne: Ninth world conference on non-destructive testing. 1979. 4A–10.
29. Mikheev M.N., Somova V.M., Gorkunov E. S. Nondestructive magnetic quality-control method for the heat treatment of steels 30KhN2MFA and 40Kh. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1979, no. 10, pp. 863–868.
30. Mikheev M.N., Gorkunov E.S. On possible causes of a difference in the magnetization reversal processes occurring in weak and medium magnetic fields of heat-treated structural steels. *FMM*, 1981, vol. 51, iss. 4, pp. 749–755. (In Russian).
31. Gorkunov E.S., Kostin V.N., Tartachnaya M.V., Glazistov A.G., SHalaev V.N. Magnetic inspection of products of steels 7Kh3, 9KhF, 50KhNM, U10A after low and medium tempering. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1990, no. 1, pp. 65–70.

32. Gorkunov E.S., Gavrilova L.D., Nichipuruk A.P. Magnetic and electromagnetic method for quality control of quenching and tempering and determination of retained austenite in 95Kh18 steel products. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 1995, no. 12, pp. 897–905.
33. Mikheev M.N., Gorkunov E.S., Dunaev F.N. Nondestructive magnetic inspection of hardened and tempered parts of low-alloy constructional and plain carbon steel. I. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1977, no. 6, pp. 613–617.
34. Mikheev M.N., Gorkunov E.S., Dunaev F.N. Nondestructive magnetic inspection of hardened and tempered parts of low-alloy constructional and plain carbon steel. II. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1977, no. 6, pp. 618–622.
35. Mikheev M.N., Tomilov G.S., Pomukhin M.F. Magnetic testing of the quality of quenching and tempering of the parts of ball and roller bearings. *Zavod. Lab*, 1956, no. 5, pp. 549–555. (In Russian).
36. Mikheev M.N., Gorkunov E.S., Antonova A.V., Shirobokov M.I., Nikitin V.V. Differential measuring instrument of magnetic characteristics. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1982, no.12, pp. 982 – 984.
37. Filippov A.V., Gorkunov E.S., Kuzminykh V.P. The Dimkh-2 magnetic characteristic differential gauge. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1990, no. 4, pp. 280–283.
38. Gorkunov E.S., Surin G.V., Nichipuruk A.P. Using differential magnetic structurscopes to test the quality of composite materials. *Mekhanika Kompozitnykh Materialov*, 1992, no. 6, pp. 838–840. (In Russian).
39. Gorkunov E.S., Somova V.M., Buldakova N.B. Resistance of the remanent magnetization state of steel subjected to various heat treatments to the effect of constant demagnetizing fields. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1986, vol. 22, iss. 9, pp. 586–594.
40. Gorkunov E.S., Batukhtina I.N. Examination of the kinetics of magnetic properties in tempering structural steels with special reference to active inspection of their quality. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1987, vol. 23, iss. 3, pp. 177–182.
41. Perkas M.D., Kardonskii V.M. *Vysokoprochnye martensitostareyushchie stali* [Maraging High-Strength Steels]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1970, 224 p. (In Russian).
42. Perkas M.D. The structure and properties of high-strength steels with aging martensite. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 1970, no. 7, pp. 12–24. (In Russian).
43. Lifshits B.G., Kraposhin V.S., Linetskii Ya.L. *Fizicheskie svoistva metallov i splavov* [Physical Properties of Metals and Alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1980, 318 p. (In Russian).
44. Dekhtyar I.Ya., Polotnyak V.V., Gorbach B.G., etc. Magnetic properties of aluminium- and titanium-alloyed iron-nickel alloys tempered at temperatures ranging within $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation. *Metallofizika*, 1984, vol. 6, no. 2, pp. 65–69. (In Russian).
45. Sokol I.Ya. *Dvukhfaznye stali* [Two-Phase Steels]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1974, 216 p. (In Russian).
46. Gudremon E. *Spetsialnye stali* [Special Steels]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1966, vol. 1, 736 p. (In Russian).
47. Zabilskii V.V., Gorkunov E.S., Ugarova N.I., Murakhovskii I.M. Examination of the possibilities of magnetic inspection of the susceptibility of a two-phase ferritic-austenitic steel to embrittlement. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1987, vol. 23, no. 3, pp. 177–182.
48. Hoshino A., Nakao K., Kanao M. Influence of austenite on toughness of two phase stainless steels. *Trans. Nat.Res. Inst. Met.*, 1980, vol. 22, no. 4, pp. 185–194.
49. Maehara C., Koike M., Fujine N., Kunitake T. Precipitation behavior of σ -phase in duplex phase stainless. *Tetsu to hanage*, 1981, vol. 67, no. 3, pp. 577–587.
50. Korshunov L.G., Makarov A.V., Osintseva A.L. Studying the wear resistance and structural transformations in the abrasive wear of laser-hardened steel U8. *Trenie i iznos*, 1988, vol. 9, no. 1, pp. 52–59. (In Russian).

51. Makarov A.V., Korshunov L.G., Osintseva A.L. The effect of tempering and frictional heating on the wear resistance of laser-hardened steel U8. *Trenie i iznos*, 1991, vol.12, no. 5, pp. 870–878. (In Russian).
52. Korshunov L.G., Makarov A.V., Chernenko N.L. The structural aspects of the wear resistance of martensitic steels. *FMM*, 1994, vol. 78, iss. 4, pp. 128–146.
53. Gorkunov E.S., Somova V.M., Makarov A.V., Kogan L.Kh., Korshunov L.G. Magnetic and electromagnetic methods of evaluating the wear resistance of steel products. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 1995, no. 6, pp. 427–432.
54. Morozova V.M., Mikheev M.N., Pomortseva L.V. Magnetic and electrical properties of the 17KhN2, 20Kh3A, 17Kh3MA steels and the cemented layers on them. *Defektoskopiya*, 1966, no. 5, pp. 7–17. (In Russian).
55. Mikheev M.N. A magnetic method for testing the thickness of quenched, cemented, nitrogenized and decarburized layers on steel products. *Izv. AN SSSR (OTN)*, 1943, no. 5–6, pp. 53–68. (In Russian).
56. Kuznetsov I.A., Somova V.M., Skripova N.M. Magnetic, electrical and mechanical properties of 12KhN3A steel and its case-hardened layers. *The Soviet journal of nondestructive testing*, 1974, vol. 10, no. 4, pp. 464–468.
57. Kuznetsov I.A., Somova V.M., Tzarkova T.P., Baschkirov Yu.P. Magnetic, electromagnetic, mechanical properties of steels 20KhGR, 20KhGMR and their cemented layers. In Book: *Struktura i svoistva tverdykh tel*. Sverdlovsk, UrGU Publ., 1973, vol. 1, pp. 164–184. (In Russian).
58. Kuznetsov I.A., Skripova N.M. Magnetic, electrical and mechanical properties of 12KhN3A and 12Kh2N4A steels and of case-hardened layers on them. *The Soviet journal of nondestructive testing*, 1982, vol. 18, no. 12, pp. 985–990.
59. Kuznetsov I.A., Tsarkova T.P., Shepelev E.V. Electromagnetomechanical properties of cold-worked and heat-treated 11YuA steel. *The Soviet journal of nondestructive testing*, 1978, vol. 14, no. 1, pp. 17–23.
60. Mikheev M.N., Fridman L. A., Morozova V.M., Tabachnik V.P., Biba G.V., Gorkunov E.S., Chernova G.S. Using coercimeters with attached electromagnets to inspect massive steel objects. *The Soviet journal of nondestructive testing*, 1978, vol. 14, no. 8, pp. 713–717.
61. Mikheev M.N., Kuznetsov I.A., Tomilov G.S., Filipov S.D. Magnetic testing of the depth of a hardened layer and the hardness of steel parts hardened by high-frequency currents. *Trudy IFM AN SSSR. – Sverdlovsk*, 1959, vol. 21, pp. 205–208. (In Russian).
62. Mikheev M.N., Morozova V.M., Tomilov G.S., etc. Magnetic testing of the depth of the active hardened layer of rolls in cold rolling. *Zavodskaya laboratoriya*. 1956, no. 1, pp. 52–56. (In Russian).
63. Mikheev M.N., Morozova V.M., Surin G.V., etc. Effects of coercive force and thickness of tested articles on the outputs of coercive force meters having an attached electromagnet. *The Soviet journal of nondestructive testing*, 1970, no. 5, pp. 575–577.
64. Gorkunov E.S., Ermolaev V.G., Lapidus B.M., Lyashenko N.A., Sterkhov V.G., Ulyanov A.I. Magnetic methods of checking the depth of the hardened layer of machine saw blades. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1981, vol. 17, no. 11, pp. 878–881.
65. Mikheev M.N., Gorkunov E.S., Vostrotina T.I. Inspecting the heat-treatment quality of high-frequency induction-hardened parts. *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*, 1976, no. 1, pp. 49–52.
66. Aldicheva E.S., Valiev M.M., Kaganov Z.G., Kusimov S.T. Quality control of the case hardening of steel products made from steel 45. *The Soviet journal of nondestructive testing*, 1976, vol. 12, no. 6, pp. 612–614.
67. Gorkunov E.S., Lapidus B.M. Magnetic properties of double-layer ferromagnets as applied to testing the quality of surface-hardened products. In Book: *Sb. Strukturno-fazovye prevrascheniya v metallakh: problemy prochnosti i plastichnosti*. Sverdlovsk, UNTs AN SSSR Publ., 1987, pp. 103–110. (In Russian).

68. Gorkunov E.S., Lapidus B.M. *Elektromagnitnye metody i sredstva kontrolya kachestva poverkhnostnogo uprochneniya stalnukh izdelii* [Electromagnetic methods and devices for testing the quality of surface hardening of steel products]. Sverdlovsk, RISO UNTs AN SSSR Publ., 1986, p. 47. (In Russian).
69. Gorkunov E.S., Lapidus B.M. *Magnitnye metody kontrolya kachestva poverkhnostnogo uprochneniya stalnukh izdelii* [Magnetic methods for testing the quality of surface hardening of steel products]. Sverdlovsk, RISO UNTs AN SSSR Publ., 1986, p. 56. (In Russian).
70. Lapidus B.M., Gorkunov E.S., Voronov S.F. A magnetic method of determining the structural state and thickness of hardened layers on steel components. Russian Journal of Nondestructive Testing, 1992, vol. 74, no. 6, pp. 593–597.
71. Gorkunov E.S., Zakharov V.A. Coercimeters with magnetic attachments (Review). Russian Journal of Nondestructive Testing, 1995, no. 8, pp. 625–641.

УДК 620.179:669.017.3:537.622

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МАГНИТНОГО СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ДИАГНОСТИКИ И ОЦЕНКИ РЕСУРСА ИЗДЕЛИЙ И ЭЛЕМЕНТОВ КОНСТРУКЦИЙ ЧАСТЬ 1

Э. С. Горкунов^{1*}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения
Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург,
Российская Федерация

*Ответственный автор. Электронная почта: ges@imach.uran.ru; Адрес для переписки: ул.
Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация; Телефон: +7 (343) 374-47-25;
Факс: +7 (343) 374-53-30.

Настоящая статья открывает обзор оригинальных работ по различным разделам магнитного структурно-фазового анализа. Автором сформировано схематическое «дерево магнитного структурно-фазового анализа», которое позволяет получить представление о состоянии и перспективах использования магнитных методов для оценки структурного состояния, фазового состава, физико-механических свойств проката, термически обработанных стальных изделий; применения данных методов для неразрушающего контроля глубины и твердости слоёв поверхностно упрочненных изделий, а также о методах проведения магнитного фазового анализа в лабораторных и промышленных условиях. Ввиду большого объема работа разделена на несколько частей.

Ключевые слова: структура, фазовый состав, магнитные свойства, твердость, термическая обработка, магнитные характеристики, приборы контроля, приставные электромагниты.

1. Введение

История создания и развития магнитных методов контроля структурного состояния и фазового состава очень тесно связана с Уралом и его заводами. Первыми заводами России, широко применившими магнитные методы в 1894 г. для контроля качества структуры и прочностных характеристик заготовок снарядов, оружейных и артиллерийских стволов были Тульский и Ижевский императорские военные заводы и Златоустовский горнометаллургический завод на Урале [1]. Уже в то время было показано, что существующие методы оценки качества металла по твердости весьма грубы и не отвечают требованиям промышленности по производительности. Созданные первые магнитные установки, названные электромагнитными балансами, успешно использовались для оценки качества закалки, прокаливаемости и наклепа в стальных изделиях (рис. 1). Первые попытки введения данного вида контроля ружейной продукции позволили выявить на Ижевском заводе до 65% бракованных стволов военных ружей.

В сентябре 1902 г. на съезде химиков и металлургов Урала обсуждался вопрос об опыте использования «электромагнитных балансов» и была продемонстрирована новая возможность магнитных методов – оценка содержания углерода в стали. При обсуждении пришли к выводу, что «магнитный анализ стали приобретает для металлургов такое же значение, какое имеет для химиков химический анализ; металлофизические исследования стали дают качественные показатели, реже – количественные, к тому же проверка металла данным способом требует значительного индивидуального мастерства и опыта. Результаты же магнитного анализа выража-

ются в точных цифрах и позволяют качественно выполнять измерения, не оставляя места для субъективизма”. После недолгого использования этих методов для оценки качества закалки изделий, прокаливаемости и наклепа в сталях эти методы были незаслуженно забыты.

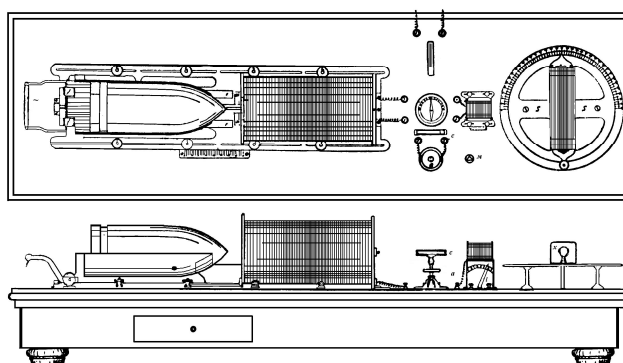


Рис. 1. Электромагнитный баланс [1]

Новый виток развития магнитных методов неразрушающего контроля на Урале начинается с 1932 г., когда по инициативе академика Абрама Фёдоровича Иоффе создаётся Уральский физико-технический институт. Ведущие ученые этого института Р.И. Янус, М.Н. Михеев и П.А. Халилеев на стыке научных направлений – физики магнитных явлений и физического металловедения – формируют новое научное направление – магнитный структурно-фазовый анализ сталей и сплавов.

Рост технического уровня и необходимость повышения конкурентоспособности продукции машиностроения увеличили потребность в применении средств неразрушающего контроля (НК) для оценки ее качества. Чем позднее от начала процесса производства находится момент обнаружения брака, тем более дорогим становится его исправление, тем выше себестоимость продукции. В настоящее время в металлургических и машиностроительных отраслях промышленности при хорошей организации контроля затраты на неустраняемый брак составляют 2–4% от себестоимости продукции, при плохой – 15% и более. Значительное место в неразрушающем определении структуры, фазового состава физико-механических свойств и других эксплуатационных характеристик изделий металлургической и машиностроительной промышленности принадлежит магнитным методам.

Схематически возможности использования магнитных методов неразрушающего контроля структуры и фазового состава можно изобразить в виде некоего «дерева» (рис. 2), корнями которого являются физическое материаловедение, физика магнитных явлений, механика деформируемого твердого тела и научное приборостроение, ветви соответствуют определенным направлениям контроля, а листья – методам и способам контроля.

Различные фазы и структуры имеют различные механические, магнитные, электрические и другие характеристики. Изменение структуры и фазового состава влечет за собой изменение большинства физических свойств и прочностных характеристик материала. Одной из основных задач неразрушающего структурно-фазового анализа является познание характера этих связей. Когда они будут познаны, откроется возможность для решения обратных задач – по известным физическим свойствам или прочностным характеристикам определять фазовый состав (количество определенной фазы) материала и его структуру.

Связь фазового состава и структуры с прочностными характеристиками изучена давно, поэтому в промышленности очень часто структура и фазовый состав оцениваются по каким-либо прочностным характеристикам. Из изложенного выше следует, что для оценки структуры и фазового состава могут быть использованы и многие физические характеристики и соответственно методы контроля. Действительно, для оценки структурно-фазового со-

стояния материала применяют ультразвуковые, магнитные, электрические, тепловые и рентгеновские методы.

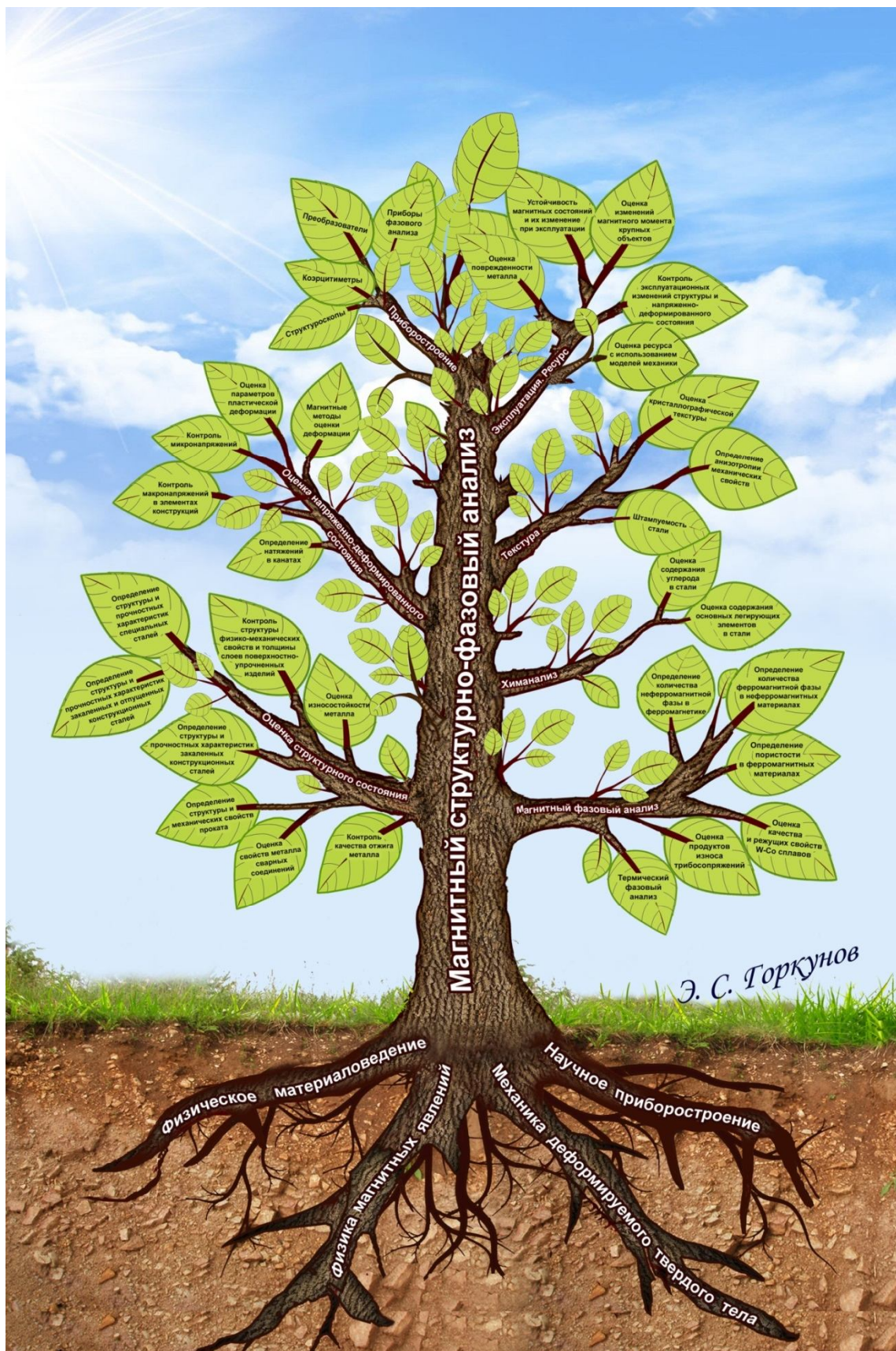


Рис. 2. Схематическое дерево магнитного структурного фазового анализа

Gorkunov E. S. / Magnetic structural-phase analysis as applied to diagnosing and evaluating the lifetime of products and structural components. Part 1

<http://dream-journal.org>

На практике при конструировании машин, сооружений и другой техники при расчетах используют прочностные или специальные характеристики, поэтому чаще всего неразрушающие физические методы применяют для оценки именно этих свойств на основе ранее установленных корреляционных связей.

К выбору физического параметра контроля предъявляется ряд требований:

- он должен быть чувствителен к изменениям структуры или фазового состава (в зависимости от того, что контролируется);
- измерение должно быть экспрессным и желательно бесконтактным;
- он должен быть устойчивым к влиянию внешних мешающих факторов (например, к зазору между преобразователем и изделием, колебанию температуры окружающей среды, промышленным помехам) и т.д.;
- он должен позволять проводить измерения на изделиях любой формы и размеров.

Достаточно хорошо этим требованиям соответствуют магнитные методы. Рис. 3 иллюстрирует существующие связи между первичными и вторичными свойствами ферромагнитного металла и установленными корреляционными связями между ними.

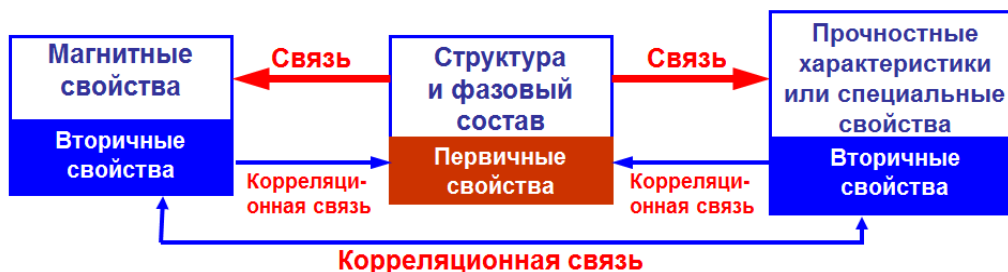


Рис. 3. Взаимосвязи структурного состояния и фазового состава с физическими и прочностными свойствами материала

Таким образом, в современном машиностроении и металлургии методы структурно-фазового магнитного анализа используются для решения ряда проблем, каждая из которых в свою очередь позволяет решать изложенные ниже задачи [2–4].

2. Оценка структурного состояния

2.1 Определение размера зерна в сталях

Наглядно влияние структурных факторов на процессы перемагничивания можно проследить на примере доменной структуры в поликристаллических ферромагнетиках. Величина зерен и их разориентация оказывают определенное влияние на магнитную доменную структуру, подвижность доменных границ и, соответственно, на многие магнитные характеристики, в том числе на отдельные акты необратимого изменения намагниченности – скачки Баркгаузена. Теоретические и экспериментальные исследования зависимости между средним размером зерна ферромагнитной стали и магнитными характеристиками материала (коэрцитивная сила, параметры доменной структуры, информационные параметры эффекта Баркгаузена и др.) стали классическими задачами физики магнитных явлений и магнитной структурографии.

В общем случае ширина и длина магнитных доменов определяются размерами зерен поликристалла. Рис. 4 иллюстрирует типичную разнорзернистую макроструктуру поликристалла сплава Fe – 3 % Si, ориентация зерен которого характеризуется кристаллографической текстурой типа $\{110\} \langle 100 \rangle$. Можно видеть, что большему среднему размеру зерна соответствует и большая ширина его полосовых 180° -х доменов.

Границы зерен являются препятствиями для сдвигающихся доменных границ. Таким образом, увеличение размеров зерна (уменьшение протяженности границ в ферромагнетике) должно сопровождаться снижением величины коэрцитивной силы.

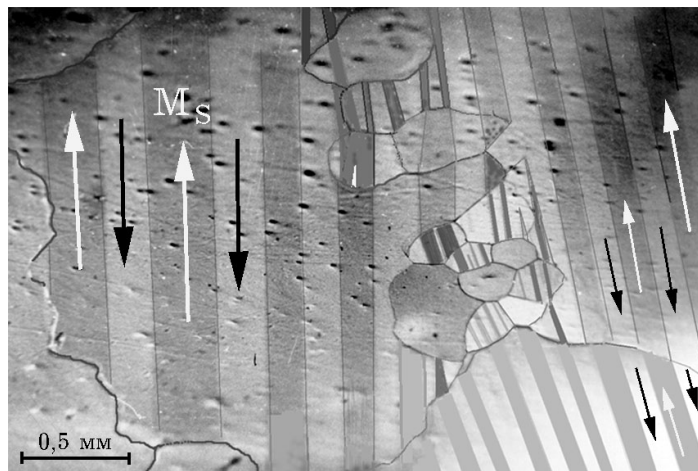


Рис. 4. Вид доменной структуры в поликристалле кремнистого железа с многокомпонентной кристаллографической структурой

По данным [5], для железа различной степени чистоты было получено эмпирическое уравнение, связывающее коэрцитивную силу H_c со средним размером зерна d_3 :

$$H_c = A/d_3 + B, \quad (1)$$

в котором коэффициенты A и B зависят от степени легирования и количества примесей в железе (d_3 измеряется в см). Для чистого железа $A = 0,0018$, $B = 0$ [5], а для электролитического железа, содержащего 0,024% углерода, $A = 0,0032$, $B = 0,32$ [6]. Рис. 5 иллюстрирует зависимость коэрцитивной силы от величины зерна для чистого железа и низкоуглеродистой стали.

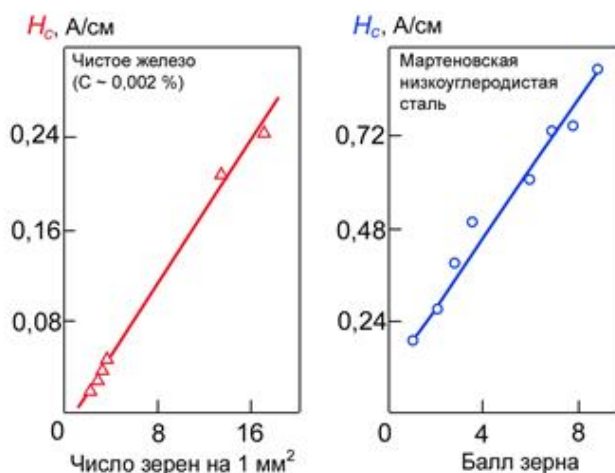


Рис. 5. Взаимосвязь коэрцитивной силы с величиной зерна для чистого железа ($C \sim 0,002\%$) [5] и для мартеновской низкоуглеродистой стали [7]

2.2 Определение структурного состояния и механических свойств холодно- и горячекатаного проката как на заводах–изготовителях, так и на заводах–потребителях при определении качества поступающего металла (входной контроль)

Конкретная структура металла при прокатке формируется под действием следующих процессов: температуры и времени выдержки металла при этой температуре перед прокаткой, температуры конца прокатки ($T_{\text{кп}}$) и степени обжатия при прокатке ε .

Перед горячей прокаткой необходим высокотемпературный нагрев слабов (обычно 1220...1280 °C). Температура конца прокатки зависит от размеров слабов и заданных размеров листа. Например, согласно [8] увеличение толщины листа с 12,7 до 50 мм при постоянной ширине 2180 мм приводит к необходимости повышения $T_{\text{кп}}$ с 900 до 1010 °C. В результате это повышение $T_{\text{кп}}$ сопровождается снижением предела текучести σ_T и повышением критической температуры хрупкости. Поэтому для получения оптимальных свойств листов в последние годы используется регулируемая и контролируемая прокатка.

После горячей прокатки размер ферритного зерна в стали обычно меньше, чем например после нормализации, причем понижение $T_{\text{кп}}$ способствует измельчению зерна. При этом добиваются, чтобы режим прокатки обеспечивал оптимальное сочетание измельчения зерна с возможным дисперсионным твердением. Здесь следует учитывать два фактора: скорость динамической рекристаллизации, которая увеличивается при повышении температуры и степени деформации (может снижаться под влиянием растворённых атомов или выделений второй фазы); скорость укрупнения зерна, увеличивающаяся при повышении температуры (может уменьшаться частицами второй фазы) [8–12].

В углеродистых сталях при температурах прокатки выше 800 °C рекристаллизация происходит практически сразу, но существенно замедляется при температурах ниже 800 °C, когда полной рекристаллизации предшествует образование феррита [12]. Измельчению ферритного зерна способствует мелкое аустенитное зерно, поэтому важно правильно выбрать соответствующие значения степени деформации ε и температуры конца прокатки $T_{\text{кп}}$, чтобы обеспечить формирование мелкого рекристаллизованного аустенитного зерна. Большие значения ε и относительно низкие $T_{\text{кп}}$ являются важными условиями режима регулируемой прокатки. Однако чрезмерное снижение $T_{\text{кп}}$ приводит к образованию феррита в ходе прокатки, его последующей деформации и к тому, что процессы возврата и рекристаллизации проходят не полностью. Это также вызывает рост критической температуры хрупкости [13].

На рис. 6 представлены зависимости от температуры конца прокатки значений коэрцитивной силы H_c , максимальной магнитной проницаемости μ_{max} и остаточной магнитной индукции B_r , а также временного сопротивления при разрыве σ_B , предела текучести σ_T , относительного удлинения δ_5 , соответствующие различным степеням обжатия при прокатке, а на рис. 7 – аналогичные зависимости ударной вязкости KCU^{-20} и KCU^{20} и твёрдости HRB . Видно, что при понижении $T_{\text{кп}}$ прочностные свойства (σ_B , σ_T) и твёрдость увеличиваются, пластичные (δ_5) и вязкие (KCU^{-20} , KCU^{20}) снижаются; при этом величины H_c растут, а μ_{max} – убывают.

С понижением $T_{\text{кп}}$ лишь значения B_r при $\varepsilon = 76\%$ (линия 4) уменьшаются, а при других степенях обжатия проходят через минимум. Температура конца прокатки, при которой проявляется этот минимум, зависит от степени деформации: чем ниже значения ε , тем выше указанная величина $T_{\text{кп}}$. Главная причина такого изменения исследуемых свойств стали – измельчение ферритного зерна и неполная рекристаллизация. Завершение пластической деформации при температурах 850...800 °C приводит к измельчению зерна аустенита и некоторому торможению его роста дисперсными частицами нитридов и карбонитридов, выделяющихся в аустените в процессе деформации [10]. При более низких $T_{\text{кп}}$ имеет место некоторое укрупнение зерна.

При высоких степенях обжатия ($\varepsilon = 60\%$) характерно постепенное изменение формы зерна от равноосной (при $T_{\text{кп}} = 1050$ °C) до игольчатой ($T_{\text{кп}} = 800$ °C), а при низких $T_{\text{кп}}$ на-

блюдается видманштеттова структура. Как уже упоминалось, образованию видманштеттовой структуры в сталях способствует крупное аустенитное зерно. Для образцов, прокатанных с обжатием 76%, она может быть обусловлена ещё повторным нагревом листов для последующей прокатки от 20 до 12 мм и их быстрым (вследствие малой толщины) охлаждением после прокатки в критическом интервале температур. С увеличением степени обжатия общий уровень прочностных характеристик, твёрдости и коэрцитивной силы возрастает, а относительного удлинения, ударной вязкости и максимальной магнитной проницаемости уменьшается.

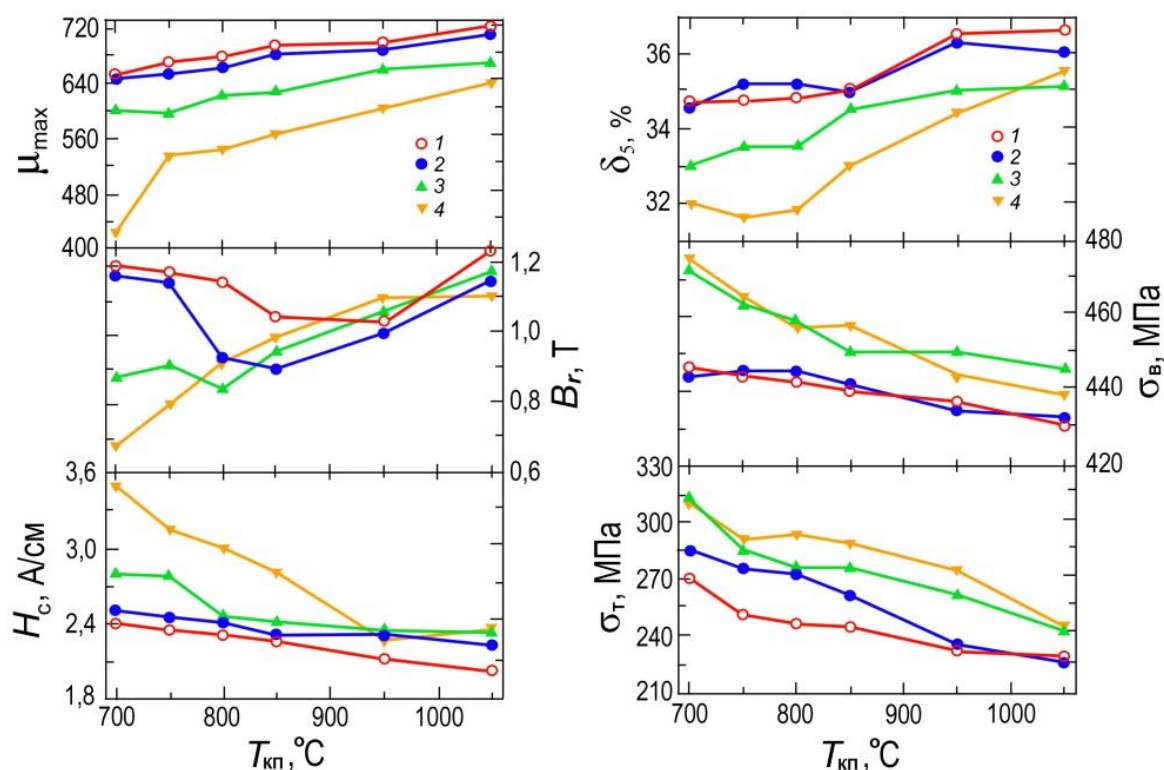


Рис. 6. Зависимость механических (σ_B , σ_T , δ_5) и магнитных (H_c , B_r , $\mu_{\max}$) свойств стали Ст.3сп от температуры конца прокатки при различных степенях обжатия:
1 – 20, 2 – 40, 3 – 60, 4 – 76%

Наблюдаемое относительное изменение физических свойств (рис. 6 и 7), вызванное уменьшением $T_{\text{кп}}$, сильнее при большей степени деформации. Основные причины – измельчение ферритного зерна и увеличение степени его игольчатости. У образцов, деформированных на 40% (кривая 2) и 60% (кривая 3), имеет место увеличение балла полосчатости, а при $\varepsilon = 76\%$ (кривая 4) – в основном изменение формы феррита от равноосной до видманштеттовой. Несмотря на некоторое увеличение размера зерна при $T_{\text{кп}}$ ниже температур аустенитного превращения, коэрцитивная сила всё же продолжает возрастать, что, по-видимому, обусловлено увеличением внутренних напряжений в феррите вследствие неполной рекристаллизации.

Понижение температуры конца прокатки (до 800 °C, $\varepsilon = 60\%$ (3), 850 °C, $\varepsilon = 40\%$ (2) и 950 °C, $\varepsilon = 20\%$ (1)) сопровождается уменьшением остаточной магнитной индукции B_r , однако при более низких $T_{\text{кп}}$ наблюдается ее увеличение. При степени обжатия 60 % оно незначительно, а при $\varepsilon = 76\%$ (4) полностью отсутствует. При малых и средних степенях обжатия B_r определяется преимущественно размером зерна феррита (влияние формы зерна здесь меньше), кроме того, увеличение B_r , как и H_c , при $T_{\text{кп}}$ ниже температур аустенитного превращения обусловлено увеличением внутренних напряжений. При $\varepsilon = 76\%$ фактор формы

зерна решающий: размер зерна здесь примерно один и тот же – 7 баллов по ГОСТ 5639-82. Низкая остаточная магнитная индукция при температурах конца прокатки 750 и 700 °С здесь связана с наличием видманштеттовой структуры. Некоторый вклад в уменьшение величины B_r вносит и наблюдаемая полосчатость. Уменьшение B_r вследствие измельчения структуры обусловлено увеличением внутренних размагничивающих полей кристаллитов [14, 15]; рост игольчатости в форме феррита и появление видманштеттовой структуры приводит к повышению внутренних напряжений.

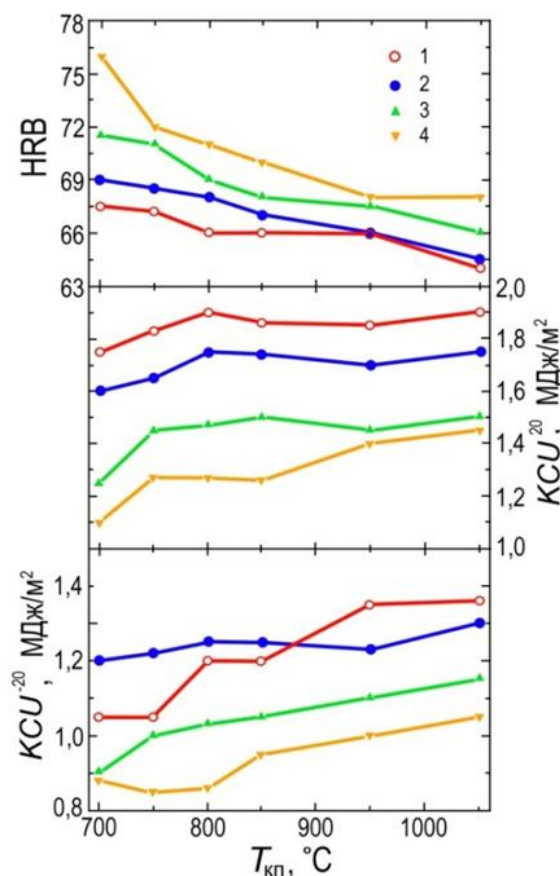


Рис. 7. Зависимость ударной вязкости при –20 и 20 °С, а также твердости от температуры конца прокатки при различной степени обжатия. Обозначения см. на рис 6

2.3 Контроль структурного состояния и прочностных характеристик термически обработанных стальных изделий (отжиг, нормализация) [16, 17]

У низкоуглеродистых сталей с повышением температуры отжига до 400 °С механические свойства изменяются незначительно (рис. 8), так как в этом интервале особых структурных изменений не наблюдается. Небольшое уменьшение внутренних напряжений в металле вызывает некоторые снижения коэрцитивной силы H_c и остаточной индукции B_r . Основные изменения магнитных и механических свойств низкоуглеродистых сталей происходят в интервале температур 500–600 °С (см. рис. 8), что объясняется уменьшением микронапряжений, изменением величины зерен и их ориентации, т.е. рекристаллизационными процессами. При дальнейшем повышении температуры отжига продолжается рост зерна (вторичная рекристаллизация), что сопровождается увеличением магнитной проницаемости, уменьшением коэрцитивной силы и остаточной индукции, твердости и предела прочности. Это указывает на возможность оценки механических свойств сталей по измерениям максимальной и начальной магнитных проницаемостей, коэрцитивной силы и остаточной индук-

ции. Использование последних двух характеристик предпочтительнее, так как они наиболее просты в измерении и менее подвержены влиянию мешающих факторов. Наибольший интерес представляют интервалы температур 580–700 °С или 680–750 °С, в которых осуществляется отжиг указанных сталей.

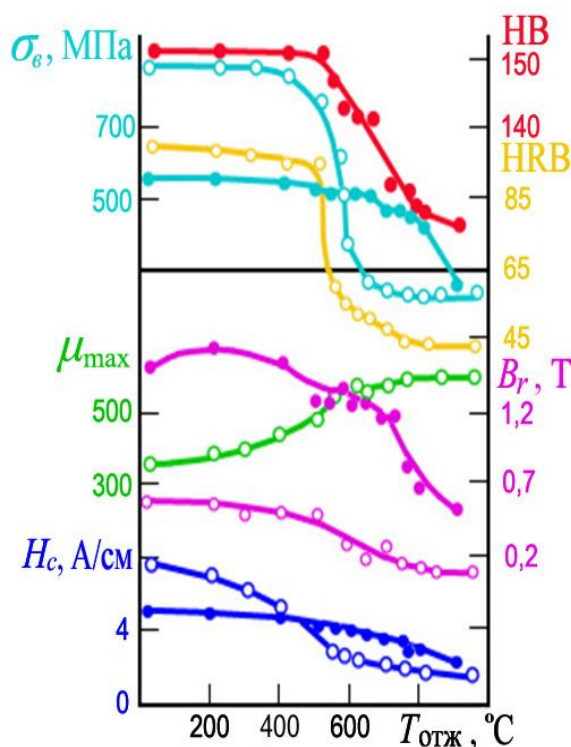


Рис. 8. Физико-механические свойства холоднокатаной 08Ю (○) и горячекатаной 30Т (●) сталей в зависимости от температуры отжига

В технологическом интервале температур отжига изменения магнитных и механических свойств, как правило, невелики. Кроме того, на магнитные и механические характеристики сталей могут влиять колебания химического состава в пределах допуска, значения температуры конца прокатки и степень обжата, а также температуры отжига, за счет изменения величины и формы зерна и другие факторы. Поэтому широкому внедрению магнитных методов контроля качества отжига низкоуглеродистых сталей предшествуют исследования по установлению корреляционных связей между магнитными, например H_c , и контролируемыми (чаще всего механическими) параметрами, а также оценка влияния на них различных технологических факторов, определяющих истинный коэффициент этой связи для данных условий производства проката. При внедрении магнитных методов контроля для учета конкретных особенностей технологического процесса на предприятии проводятся набор и обработка статистических данных. Для каждого типоразмера проката и марки стали по уравнениям регрессии рассчитывают значения контролируемых параметров (предела текучести, временного сопротивления, относительного удлинения) в целях построения градуировочных кривых или таблиц соответствия между показаниями приборов и механическими свойствами.

Внедрение магнитных методов НК механических свойств проката позволяет решить задачу отбраковки некачественной продукции. Однако возможны варианты использования информации, получаемой от средств НК, для определения алгоритмов активного управления качеством проката и выбора критериев оптимизации технологического процесса изготовления проката.

При отжиге для снятия остаточных напряжений установить снижение уровня напряжений возможно по измерению магнитных свойств. Согласно теории, учитывающей влияние напряжений в ферромагнетике на величину коэрцитивной силы, изменение уровня внутренних микронапряжений вызывает изменение величины коэрцитивной силы, что позволяет осуществлять надежный контроль качества отжига изделий коэрцитиметрическими методами.

Ярким примером применения магнитных методов является контроль сфероидизирующего отжига подшипниковых сталей. Измерения магнитных свойств на изделиях с различной структурой показали, что величины коэрцитивной силы структур с зернистым и пластинчатым перлитом сильно различаются. Возможность применения коэрцитиметрических методов для контроля отожженных структур иллюстрирует рис. 9.

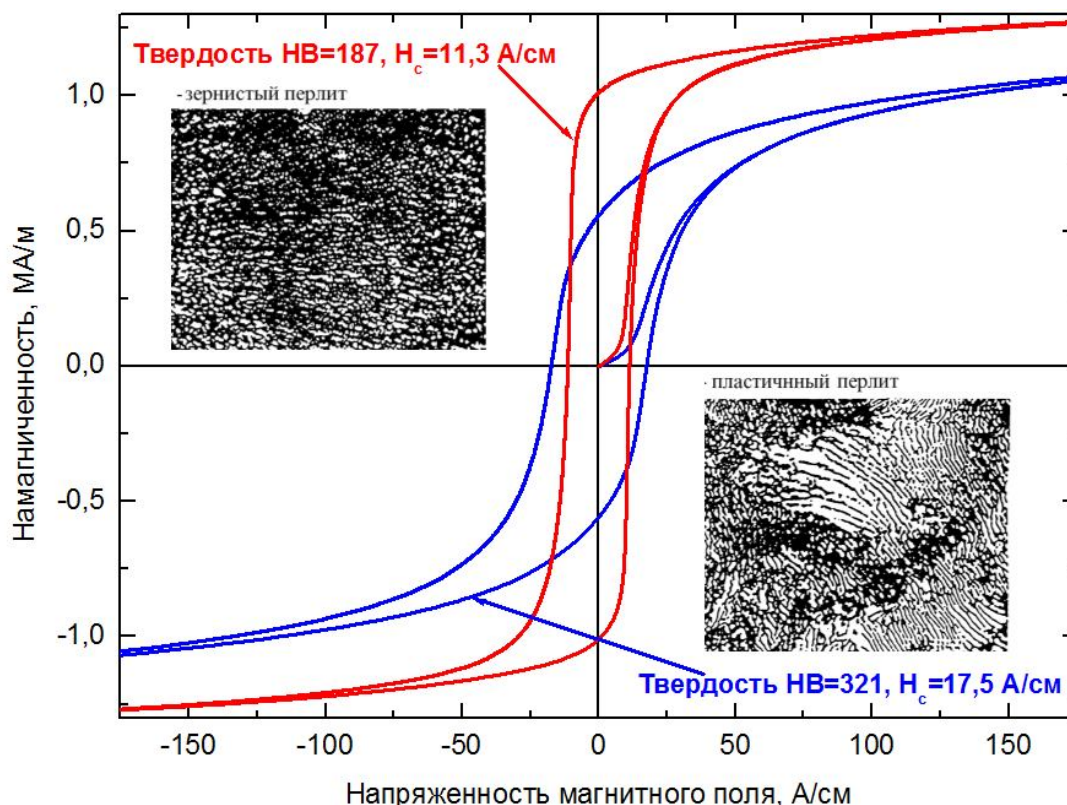


Рис. 9. Петли гистерезиса и микроструктура подшипниковой стали ШХ15

Годными считаются изделия с твердостью 180–207 НВ, что может быть выявлено путем измерения с помощью коэрцитиметра. Некондиционные структуры отжига стали ШХ15 обладают высокой твердостью и влекут за собой большой износ режущего инструмента, а при последующей термической обработке приводят к образованию структур крупноигльчатого мартенсита, для которых характерно образование поверхностных трещин. Например, ресурс работы подшипника с такой структурой металла будет весьма ограниченным. Некондиционные структуры пластинчатого перлита могут быть отбракованы по коэрцитивной силе.

2.4 Определение структуры и прочностных характеристик закаленных конструкционных сталей [2, 3, 18–32]

Закалка – это процесс термической обработки, состоящий в нагреве до температур в интервале $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращений и выше, выдержке при этих температурах и последующем охлаждении со скоростью выше критической. Результатом закалки является получение неравновесных структур мартенсита, а также продуктов распада аустенита по промежуточной ступени – бейнита и тростита.

Появление при закалке в структуре стали мартенсита сопровождается увеличением эффективной магнитной анизотропии (“магнитной жесткости”), обусловленной тетрагональностью решетки мартенсита, повышением плотности дислокаций и уровня микронапряжений.

Образование в доэвтектоидной стали мартенситной структуры приводит к повышению магнитной жесткости стали; при этом площадь петель магнитного гистерезиса существенно возрастает, а коэрцитивная сила увеличивается более чем в 2 раза. Намагниченность насыщения M_s отражает изменения, происходящие в фазовом составе стали. Снижение M_s в интервале температур 725–800 °С связано с появлением в структуре закаленной стали остаточного аустенита. Удельное электросопротивление ρ с повышением температуры закалки до 800–850 °С растет, что связано с увеличением содержания углерода в пересыщенном твердом растворе и появлением некоторого количества остаточного аустенита. Закалка доэвтектоидных сталей от температур 800–850 °С и выше не приводит к изменению магнитных и электрических свойств стали 30ХГСА и 602А (рис. 10а, з). Это связано с тем, что при таких температурах закалки практически весь углерод переходит в твердый раствор, параметры решетки мартенсита стабилизируются, микронапряжения и плотность дислокаций достигают максимальной величины, следовательно, величина наведенной эффективной магнитной анизотропии становится постоянной.

Эвтектоидные стали имеют общие закономерности изменения магнитных и электрических свойств с доэвтектоидными сталями при низкой температуре аустенизации, в то же время в области температур перегрева при закалке для заэвтектоидных сталей наблюдается некоторое их различие, заключающееся в неоднозначном изменении коэрцитивной силы от температуры закалки (рис. 10б). Величина максимума коэрцитивной силы зависит от содержания углерода в стали ШХ15, а его природа обусловлена изменениями относительного объема и дисперсности включений остаточного аустенита и избыточных карбидов. Максимум коэрцитивной силы соответствует примерно 12% содержания остаточного аустенита в стали.

Характер изменения электросопротивления и намагниченности насыщения в зависимости от температуры закалки определяется количеством углерода в стали, поскольку с повышением содержания углерода в ней образуется большее количество остаточного аустенита вследствие снижения точек начала мартенситного превращения. Удельное электросопротивление, величина которого в значительной степени зависит от содержания в стали остаточного аустенита, с повышением температуры закалки растет.

Из исследований [2, 3, 18–32] и рис. 10 следует, что структуры и прочностные характеристики, соответствующие низкой температуре аустенизации (недогрев при закалке), могут быть выявлены по любой магнитной характеристике. Таким образом, после предварительной градуировки прибора можно производить оценку прочностных характеристик изделий из доэвтектоидных сталей. Перегрев доэвтектоидных сталей нельзя выявить по магнитным и механическим характеристикам, но необходимости в этом нет, поскольку доэвтектоидные стали имеют низкую склонность к “перегреву” при закалке. При контроле качества закалки этой группы сталей широкое распространение получили коэрцитиметры [2, 3, 18].

Заэвтектоидные и легированные стали ШХ15 и 20Х13 чувствительны к “перегреву”, поэтому для них актуальна проблема разработки методов контроля как “недогрева”, так и “перегрева”. Для выявления при закалке брака от “недогрева” и “перегрева” предложено использовать два параметра: коэрцитивную силу и намагниченность насыщения. Высокие значения намагниченности насыщения и низкие значения коэрцитивной силы свидетельствуют о “недогреве”, пониженные значения H_c и низкие значения M_s — о “перегреве”.

Двухпараметровый метод, реализованный в дифференциальных магнитных структурографах различных моделей [2, 3, 35–38], хорошо зарекомендовал себя при контроле качества закалки деталей из высокоуглеродистых и инструментальных сталей, но наиболее массово он применяется в подшипниковой промышленности. Одновременно с контролем качества закалки данная методика позволяет по измерениям величины намагниченности насыще-

ния определить и количество остаточного аустенита в стали [2–4, 20, 35], что очень важно для высокоточных изделий.

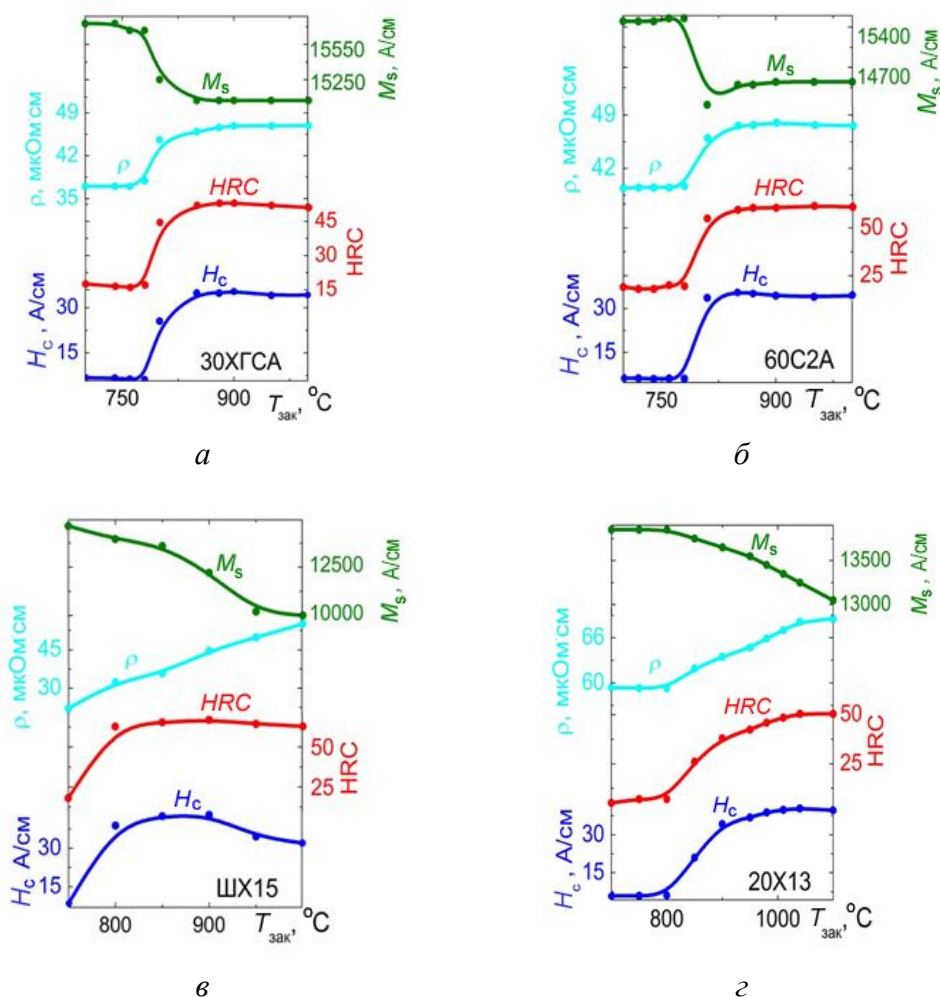


Рис. 10. Свойства закаленных сталей: H_c – коэрцитивная сила; HRC – твердость; ρ – удельное электросопротивление; M_s – намагниченность насыщения.
а – сталь 30XГСА, б – 60C2A, в – ШХ15, г – 20X13

2.5 Определение структуры и прочностных характеристик закаленных и отпущенных конструкционных сталей [2, 3, 18–34]

Для конструкционных сталей с содержанием углерода до 0,3% характерно монотонное изменение большинства физических свойств и прочностных характеристик в интервале температур отпуска от комнатных до 650 °C (рис. 11а). Монотонное изменение магнитных характеристик с температурой отпуска, связанное с выделением углерода из твердого раствора, распадом аустенита и снижением уровня микронапряжений, позволяет использовать их для неразрушающего определения структурного состояния и контроля прочностных свойств изделий, отпущенных в интервале температур 150 – 650 °C.

Для конструкционных сталей с содержанием углерода 0,3% и более изменения магнитных свойств в интервале высоких температур отпуска не монотонны (рис. 11б). Поскольку большое количество сталей различных классов, которые широко используются в современном машиностроении при изготовлении отдельных деталей, узлов и механизмов, содержат, как правило, более 0,3% углерода, то существует проблема контроля деталей из этих сталей. Неоднозначное изменение с температурой отпуска большинства широко распростра-

ненных в практике НК магнитных характеристик делает невозможным их использование для контроля средне- и высокотемпературного отпуска изделий из сталей этой группы.

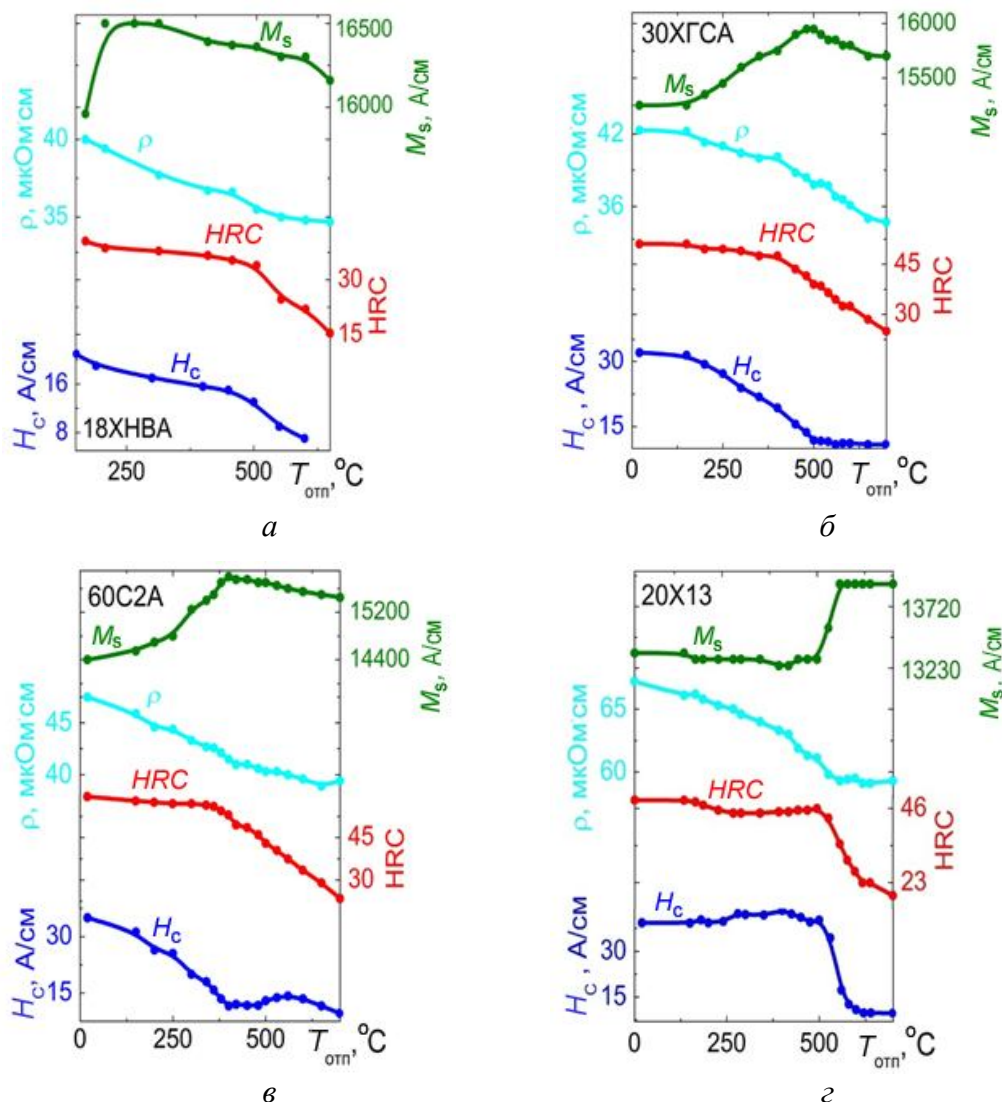


Рис. 11. Свойства отпущенных сталей: H_c – коэрцитивная сила; HRC – твердость; ρ – удельное электросопротивление; M_s – намагниченность насыщения; а – сталь 18ХНВА, б – 30ХГСА, в – 60С2А, г – 20Х13

Новый подход к решению проблемы контроля качества отпущенных изделий из сталей этой группы, а также к оценке деградации эксплуатационных свойств изделий дает изучение явлений устойчивости магнитных состояний ферромагнетиков к внешним воздействиям (магнитных и электромагнитных полей, упругих и пластических деформаций и температуры) [33, 34, 39, 40]. Исследования устойчивости магнитных состояний, кинетики (динамики) изменения магнитных характеристик при различных воздействиях позволяют получить отличную от других методов информацию о структурном состоянии и фазовом составе стали, а также перейти от выявления факта возникновения брака изделий, например при термической обработке, к непосредственной корректировке технологического процесса изготовления деталей или прогнозированию изменения физико-механических свойств изделий в процессе эксплуатации.

2.6 Определение структуры и прочностных характеристик специальных сталей

Мартенситно-стареющие стали. Упрочнение мартенситно-стареющих сплавов связано с начальными стадиями образования интерметаллидных фаз при старении. Предполагают [41–43], что выделению стабильных фаз предшествует так называемая зонная стадия распада твердого раствора (образование зон Гинье—Престона или сегрегации, обогащенных атомами легирующих элементов, которые служат зародышами выделяющейся фазы) и образование промежуточных фаз, когерентно или полуккогерентно связанных с матрицей. Повышение прочностных характеристик (рис. 12, кривые HRC) при температурах старения 300–450 °С связывают с зонной стадией распада твердого раствора, так как никаких изменений в структуре кристаллов мартенсита не наблюдается. По данным работы [42], в большинстве железоникелевых сплавов происходит лишь незначительное уменьшение плотности дислокаций. Образующиеся сегрегации атомов легирующих элементов имеют размеры, не превышающие 0,004–0,006 мкм. В исследованных сталях, по-видимому, как и в железоникелевых сплавах с 18% Ni, легированных молибденом и титаном, на стадии максимального упрочнения (480–500 °С) и в перестаренном состоянии присутствуют частицы Fe_2Mo , Ni_3Mo и Ni_3Ti .

Магнитные свойства в интервале температур 20–500 °С практически не меняются (см. рис. 12). Незначительное снижение коэрцитивной силы в диапазоне 300–400 °С объясняется уменьшением плотности дислокаций и величины микронапряжений в мартенсите. При температурах старения 400–500 °С уменьшение H_c за счет отмеченных факторов компенсируется ее ростом вследствие образования промежуточных интерметаллидных фаз.

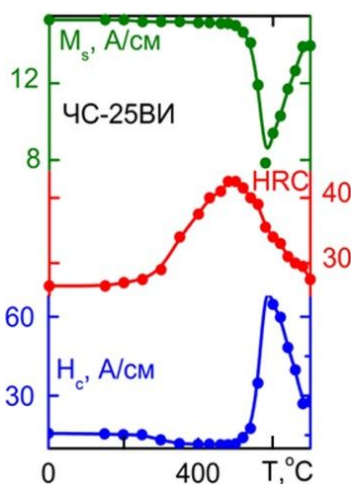


Рис. 12. Зависимость физико-механических свойств мартенситно-стареющей стали ЧС-25ВИ, закаленной от 820 °С на воздухе, от температуры отпуска (старения).

Время выдержки при отпуске 3 ч

Разупрочнение исследованных сталей при температурах старения, превышающих 500 °С, определяется протеканием нескольких процессов: коагуляцией частиц, образованием стабилизированного аустенита и "свежего" мартенсита [41]. Поведение изученных физических свойств при температурах старения, превышающих 500 °С, в основном связано с образованием аустенита, обогащенного никелем. Максимальное количество стабилизированного аустенита в структуре состаренных сталей образуется при $T_{\text{отп}} = 580$ °С, что приводит к уменьшению намагниченности насыщения и повышению коэрцитивной силы в интервале 500–580 °С (см. рис. 12). Причину магнитной жесткости мартенситно-стареющих сталей в интервале температур обратного $\alpha \leftrightarrow \gamma$ -превращения связывают [44] с переманиваем уча-

стков α -фазы без магнитного взаимодействия между ними, что является результатом большого содержания в стали остаточного аустенита.

При температурах старения выше 580°C эффект стабилизации аустенита уменьшается, что приводит к повышению M_s и снижению H_c (см. рис. 12).

Высокая прочность мартенситно-стареющих сталей объясняется не только дисперсностью и равномерным распределением частиц второй фазы, но и их собственной высокой прочностью [41]. Старение мартенсита вызывает существенное снижение пластичности и ударной вязкости. Однако эти характеристики на стадии максимального упрочнения остаются еще достаточно высокими.

Ферритно-аустенитные стали. Двухфазные ферритно-аустенитные стали со структурой δ - феррит-аустенит обладают более высоким сопротивлением некоторым видам коррозии по сравнению с чисто аустенитными и чисто ферритными нержавеющими сталями и поэтому находят все большее применение. Однако при больших содержаниях δ -феррита эти стали имеют высокую склонность к хрупкому разрушению. Один из возможных путей управления качеством изготовления сталей – использование неразрушающих методов контроля.

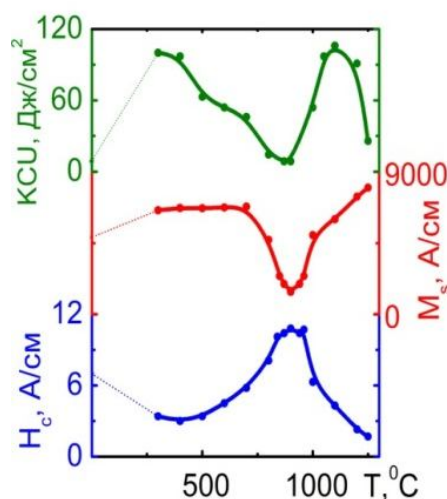


Рис. 13. Зависимость физико-механических свойств ферритно-аустенитной стали от температуры отжига. Предварительная обработка – закалка от 1150°C

На рис. 13 приведены закономерности изменения физико-механических свойств от температуры отжига сложнолегированной низкоуглеродистой хромоникелевой стали, содержащей 0,05% C, 24% Cr, 7% Ni и ряд других элементов. В исходном состоянии (без термической обработки) сталь обладает низким сопротивлением хрупкому разрушению ($a_1 \sim 10$ Дж/см²). После закалки от 1150°C величина ударной вязкости возрастает до 100 Дж/см². Нагрев при температурах $500\text{--}700^\circ\text{C}$ приводит к снижению ударной вязкости примерно в 2 раза. Особенно сильный эффект охрупчивания наблюдается после отжига в диапазоне температур $800\text{--}900^\circ\text{C}$. Отжиг при 1250°C также приводит к значительному падению ударной вязкости. Разрушение во всех случаях происходит по телу зерна.

Таким образом, существует несколько температурных интервалов повышенной склонности к хрупкому разрушению. Охрупчивание при $500\text{--}600^\circ\text{C}$ сопровождается ростом твердости. Такое изменение свойств указывает на протекание процессов распада легированного феррита с выделением интерметаллидных фаз высокой степени дисперсности [45]. Не исключено, что охрупчивание стали в этом интервале температур частично вызвано процессами, приводящими к "хрупкости 475° " [46].

После выдержки при 900°C наблюдается рост твердости. Можно отметить отсутствие корреляции между твердостью и ударной вязкостью. Так, при температуре 800°C снижение

ударной вязкости не сопровождается ощутимыми изменениями твердости, в то время как при 900° С минимальному значению ударной вязкости соответствуют экстремальные значения твердости. Исследования нескольких промышленных плавок этой же стали показали, что охрупчивание в области температур 800–900° С может вообще не сопровождаться приростом твердости.

Изучение микроструктуры образцов в литом состоянии, а также после отжига при температурах 800 и 900° С [47] показало, что во всех указанных случаях наблюдается образование σ -фазы, которая выделяется в ферритной составляющей преимущественно в приграничных областях с γ -фазой. Образование богатой хромом σ -фазы [46] приводит к изменению состава окружающего ее феррита, который в соответствии с диаграммой состояния превращается в аустенит. Образование вторичного аустенита (γ' -фазы), как правило, не сопровождается падением ударной вязкости, а в некоторых случаях даже может приводить к снижению критической температуры хрупкости [48]. Основной причиной охрупчивания стали в интервале 800–900° является образование σ -фазы. Литературные данные [49] подтверждают, что появление в двухфазной стали близкого состава σ -фазы (3–5%) приводит к снижению ударной вязкости на порядок.

Изучение зависимости магнитных свойств от температуры нагрева показало, что намагниченность насыщения не чувствительна к процессам, протекающим при нагреве до 700° С (см. рис. 13), что связано, по-видимому, с небольшим количеством выделяющихся при этих температурах фаз. Повышение температуры приводит к сильному снижению намагниченности насыщения, которая достигает минимального значения при температуре 900° С. Уменьшение намагниченности насыщения обусловлено распадом δ -феррита на неферромагнитные σ -фазу и вторичный аустенит, а глубина образовавшегося минимума характеризует их суммарное количество. С повышением температуры величина M_S возрастает, что связано с увеличением количества ферритной фазы.

При температурах выше 1200° С структура стали становится полностью однофазной (ферритной). При этом резко возрастает размер ферритного зерна. В этом же интервале температур происходит некоторое повышение твердости стали, которое свидетельствует об обогащении твердого раствора легирующими элементами (в том числе примесями внедрения – углеродом, азотом) в результате растворения при этих температурах избыточных карбидных и нитридных фаз. Вероятно, увеличение размеров ферритного зерна, повышение легированности твердого раствора и обогащение границ охрупчивающими элементами – основные причины хрупкости феррита при $T > 1200^\circ \text{C}$.

Коэрцитивная сила до температур 500° С практически не изменяется, хотя для 450–500° С характерно образование интерметаллидов. При дальнейшем увеличении температур происходит рост коэрцитивной силы, вызванный появлением σ -фазы и вторичного аустенита. При нагреве выше 900° С величина коэрцитивной силы достигает максимального значения. Поскольку при этой температуре в стали содержится большое количество остаточного аустенита [47], можно предположить, что участки ферромагнитной фазы (δ -феррит) в значительной степени обособлены и перемагничиваются, не взаимодействуя друг с другом. В этом случае величина коэрцитивной силы будет зависеть от размеров участков δ -феррита в аустенитной матрице, а также от наличия в δ -феррите σ -фазы определенной степени дисперсности. Поэтому величина максимума H_C и температурный интервал, в котором он наблюдается, в соответствии с "теорией включений" [2], будут определяться не только количеством δ -феррита, но и объемом и степенью дисперсности σ -фазы в нем.

На промышленных плавках стали было обнаружено, что максимум коэрцитивной силы не всегда соответствовал минимуму намагниченности насыщения. Однако во всех случаях максимум H_C совпадал с минимумом на кривой ударной вязкости, тогда как минимум M_S мог соответствовать либо минимуму ударной вязкости (900° С), либо ее максимуму, который в случае промышленных плавок приходился на $T = 1000^\circ \text{C}$.

Хрупкости, обусловленной ростом зерна и легированности твердого раствора (выше 1200°C), соответствует значение коэрцитивной силы, более чем в 2 раза меньшее, чем H_c в исходном состоянии (закалка от 1150°C). Повышенная хрупкость стали в литом состоянии, по-видимому, также обусловлена главным образом присутствием σ -фазы, о чем свидетельствуют результаты микроструктурных исследований [47] и повышенное значение коэрцитивной силы.

2.7 Оценка износостойкости металла

Износостойкость сталей с мартенситной основой в сильной степени зависит от содержания углерода, находящегося в α -твердом растворе. Отпуск, сопровождающийся выделением углерода из мартенсита, приводит к значительному снижению сопротивления закаленных сталей абразивному и адгезионному видам изнашивания [50–52]. Известно [20], что содержание углерода в мартенсите влияет на величины коэрцитивной силы и электросопротивления закаленных сталей. Это дает основание предположить, что износостойкость стальных изделий может быть определенным образом связана с их магнитными или электромагнитными характеристиками. Установление корреляционных связей позволило использовать рассматриваемые магнитные характеристики для аттестации уровня износостойкости стальных поверхностей.

Актуальной производственной задачей является контроль износостойкости рабочих поверхностей трения крупногабаритных объемноупрочненных изделий, а также поверхностных слоев, упрочненных химико-термической обработкой или методами поверхностной закалки (индукционная закалка, лазерная, электронно-лучевая или световая обработка и др.). Для решения этой задачи можно использовать магнитные или электромагнитные методы.

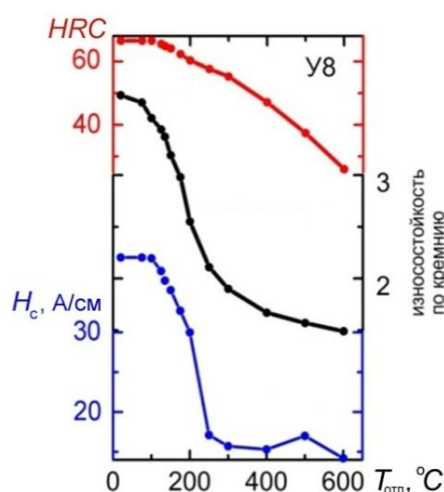


Рис. 14. Влияние температуры отпуска на коэрцитивную силу H_c , твердость и абразивную износостойкость при испытаниях по кремню закаленной стали 88

Из рис. 14 следует, что низкотемпературный (до 250°C) отпуск приводит к резкому снижению износостойкости и коэрцитивной силы закаленных сталей. Происходящее при этом уменьшение твердости относительно невелико, поскольку разупрочнение за счет снижения уровня тетрагональности мартенсита частично компенсируется упрочнением низкоотпущенного мартенсита дисперсными карбидными частицами.

Как правило, износостойкость закаленных сталей после отпуска при 250°C уменьшается в 1,5–1,8 раза при испытании по корунду и в 2,5–3,6 раза – по кремню по сравнению с неотпущенным состоянием. Столь сильная зависимость абразивной износостойкости закаленных сталей от температуры отпуска является следствием снижения содержания углерода в мартенсите при отпуске, которое приводит не только к уменьшению исходной твердости,

но и к значительному снижению способности сталей к деформационному упрочнению при изнашивании. Следовательно, присутствие повышенного количества углерода в решетке неотпущенного мартенсита оказывает более интенсивное влияние на деформационное упрочнение и износостойкость мартенситной структуры при изнашивании, нежели присутствие в мартенситных кристаллах дисперсных карбидных частиц, выделившихся при низком отпуске. Это связано с развитием в тетрагональном мартенсите под действием трения процессов деформационного динамического старения, приводящего к эффективному закреплению атомами углерода многочисленных дислокаций, возникающих при трении [50–53].

Наблюдаемое в интервале температур отпуска 100–250 °С сильное уменьшение коэрцитивной силы H_c закаленных сталей также обусловлено выделением углерода из мартенсита, которое сопровождается снижением тетрагональности решетки и уменьшением внутренних микронапряжений.

Закономерности изменения коэрцитивной силы и твердости сталей при увеличении температуры отпуска до 400 °С позволяют заключить, что H_c в значительно большей степени коррелирует с изменением абразивной износостойкости, чем с твердостью. В интервале $T_{отп} = 100 - 250$ °С, когда из тетрагонального мартенсита выделяются атомы углерода, имеет место наиболее существенное и относительно одинаковое по своему характеру изменение абразивной износостойкости и коэрцитивной силы. Наблюдаемое подобие зависимостей и коэрцитивной силы и износостойкости закаленных сталей от содержания углерода в мартенсите, а также высокая чувствительность коэрцитивной силы к присутствию углерода в α -твердом растворе служат физической основой для разработки магнитного метода оценки износостойкости закаленных и низкоотпущенных сталей.

Рассмотренные (см. рис. 14) данные о влиянии температуры отпуска на абразивную износостойкость закаленных различными способами сталей свидетельствуют о том, что за счет оптимизации режима низкого отпуска можно в довольно широких пределах изменять износостойкость сталей. В этой связи возможность магнитного и электромагнитного контроля износостойкости закаленных и низкоотпущенных стальных изделий приобретает особую значимость.

2.8 Контроль структуры, физико-механических свойств и толщины слоев, поверхностно упрочненных различными методами (закалка ТВЧ, химико-термическая обработка, упрочнение концентрированными потоками энергии, виброупрочнение, обезуглероживание в стали и отбел в чугунах)

Контроль качества поверхностного упрочнения [2, 3, 54–71]. В основе неразрушающего контроля глубины и прочностных характеристик упрочненного слоя лежит различие в физических свойствах сердцевины изделия и самого слоя. Чем больше это различие, тем более достоверным и надежным будет метод контроля.

При поверхностном упрочнении существенно увеличивается различие электрических и магнитных свойств упрочненного слоя и сердцевины изделия. Например, при закалке с помощью ТВЧ коэрцитивная сила закаленного слоя в 2–4 раза больше коэрцитивной силы сердцевины. Это объясняется тем, что структура сердцевины “феррит+перлит” является мягкой в магнитном отношении ($H_c = 8 - 12$ А/см). Закаленный слой имеет структуру мелкоигльчатого мартенсита с высокой коэрцитивной силой ($H_c = 25 - 28$ А/см). Высокое значение H_c закаленного слоя объясняется теми же причинами, что и в случае объемной закалки стали.

Для цементированного слоя и сердцевины установлено, что наибольшее их различие (до 10 раз) достигается после закалки. Закономерности изменения магнитных и электрических свойств цементированного слоя и сердцевины изделия при вариации температуры закалки близки к закономерностям, характерным для заэвтектоидных углеродистых и низкоуглеродистых слаболегированных сталей соответственно (см. рис. 10).

Поверхностное упрочнение путем пластической деформации также приводит к изменению магнитных и электрических свойств поверхностного слоя за счет роста количества дефектов кристаллического строения.

Упрочненные слои могут иметь разные толщины, например, для цементированных слоев десятки доли миллиметров, а для поверхностно закаленных валков холодной прокатки 10–15 мм. Для обеспечения необходимой глубины проникновения магнитного потока в контролируемый поверхностный слой выбирают необходимое сечение полюсов [71] приставного магнитного устройства (см. рис. 15).

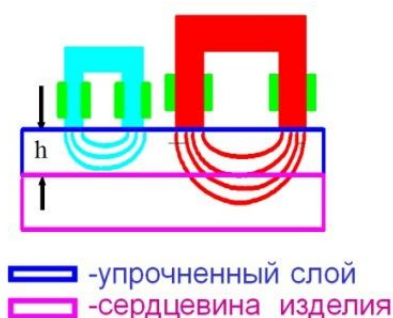


Рис. 15. Схематическое изображение проникновения магнитного потока в поверхностно упрочненное изделие при использовании приставных электромагнитов разного сечения

Использование коэрцитиметров для контроля качества поверхностного упрочнения изделий машиностроения. Коэрцитиметры с П-образными приставными электромагнитами позволяют осуществить контроль деталей, имеющих упрочненные слои примерно от 0,4 до нескольких десятков миллиметров. В качестве примера контроля больших толщин упрочненных слоев могут служить валки холодной прокатки, выпускаемые Уральским заводом тяжелого машиностроения. Глубина активного закаленного слоя должна быть не менее 3% от радиуса валка, который менялся от 65 до 450 мм. Максимальная глубина закаленного слоя достигала 10–15 мм, поэтому геометрические размеры электромагнита подбирали такими, чтобы можно было определять среднюю коэрцитивную силу на глубине 15–20 мм. Связь показаний коэрцитиметра с глубиной активного закаленного слоя валка линейная (рис. 16).

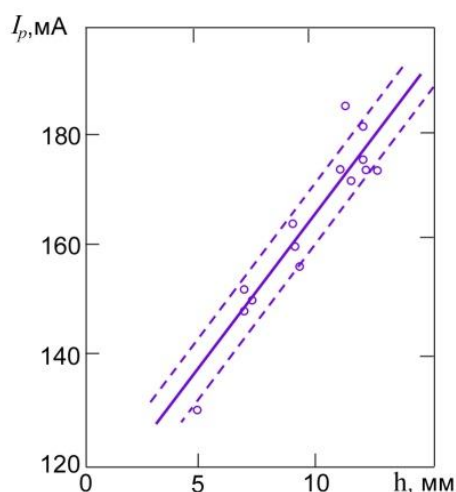


Рис. 16. Зависимость показаний коэрцитиметра от толщины упрочненного слоя валков холодной прокатки

Исследования с одно- и двухслойными изделиями [60] позволили получить в относительных единицах обобщенную кривую зависимости показаний коэрцитиметров от сечения полюсов электромагнита, на которой выделены четыре участка (рис. 17).

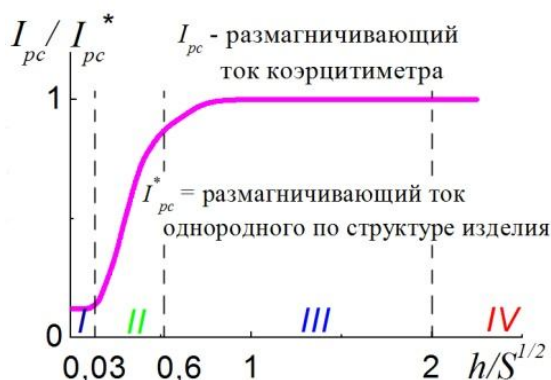


Рис. 17. Обобщенная кривая зависимости показаний коэрцитиметров в относительных единицах

I участок от 0 до $h_n \cong 0,03\sqrt{S_3}$. Показания коэрцитиметра практически постоянны и зависят главным образом от коэрцитивной силы незакаленной сердцевины. Здесь h_n – начальная величина поверхностного слоя, начиная с которой показания коэрцитиметра заметно увеличиваются с ростом толщины упрочненного слоя.

II участок от h_n до $h_k \cong 0,6\sqrt{S_3}$. Показания коэрцитиметра зависят от коэрцитивной силы и толщины закаленного слоя и от коэрцитивной силы сердцевины (h_k – предельная контролируемая толщина закаленного слоя).

III участок от h_k до $h_m \cong 2\sqrt{S_3}$. Показания коэрцитиметра определяются главным образом коэрцитивной силой закаленного слоя и слабо зависят от изменения его толщины и свойств сердцевины.

IV участок $h \geq h_m$. Показания коэрцитиметра зависят только от коэрцитивной силы закаленного слоя и практически не зависят от магнитных свойств сердцевины изделия.

Обобщенная кривая позволяет сделать вывод, что основной характеристикой электромагнита при контроле массивных изделий является площадь полюсов, и если известна толщина закаленного слоя, то можно выбрать параметры электромагнита с необходимой глубиной проникновения магнитного потока в изделие.

Параметры электромагнита, соответствующие участку *I* кривой, следует выбирать, когда контролю подвергают мягкую сердцевину изделия и пренебрегают свойствами тонкого поверхностного слоя, например при обезуглероживании. Условия, соответствующие участку *II*, используются при контроле поверхностного закаленного слоя, когда его толщина изменяется в известных пределах: от h_n до h_k . Параметры электромагнита, соответствующие участку *IV*, используют для контроля свойств однородных массивных изделий, например физико-механических свойств упрочненного слоя, так как в этом случае на измерения не влияет их толщина.

В существующих методиках контроля глубины и твердости упрочненного слоя, как правило, измеряют один параметр, например размагничивающий ток коэрцитиметра. Однако по одному измеренному магнитному параметру трудно судить о толщине закаленного слоя и его твердости, особенно в случаях, когда исходная структура изделий перед закалкой меняется. Для повышения достоверности контроля необходимо увеличить число измеряемых параметров, учитывающих влияние изменений всех технологических процессов. В случае закалки с помощью ТВЧ задачу контроля можно решить следующим образом. Исходя из обобщенной кривой, можно подобрать электромагниты, которые будут чувствительны толь-

ко к структурному состоянию закаленного слоя или отражать усредненные магнитные свойства закаленного слоя и сердцевины изделия. Рис. 18 иллюстрирует возможности контроля толщины закаленного слоя штоков бурового оборудования с помощью приставных электромагнитов, имеющих различное сечение полюсных наконечников. Приставной электромагнит с $S_3 = 40 \text{ мм}^2$ (рис. 18а) может быть использован для определения толщин закаленного слоя не более 4,5 мм, а электромагнит с $S_3 = 336 \text{ мм}^2$ – до 9,5 мм (рис. 18б). На показания коэрцитиметра кроме толщины закаленного слоя оказывают влияние магнитная жесткость самого слоя и исходная структура изделия до закалки.

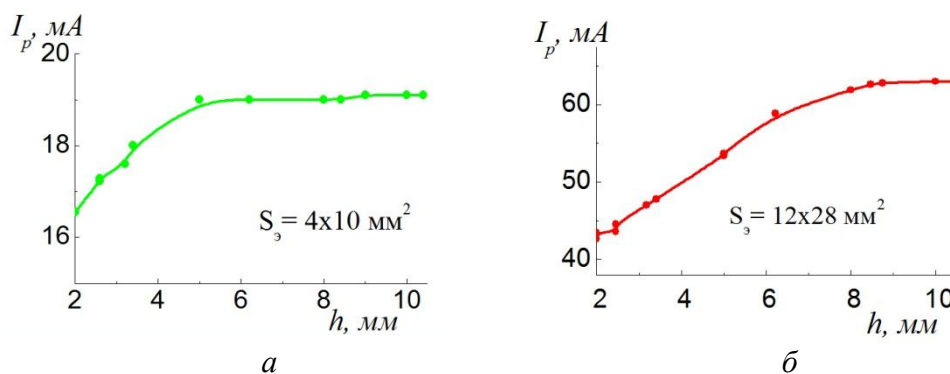


Рис. 18. Зависимость показаний коэрцитиметра от толщины закаленного слоя штоков бурового оборудования: а – сечение электромагнита 40 мм^2 , б – 336 мм^2

Для учета влияния исходной структуры металла на результаты контроля обычно рекомендуется проверять изделия в несколько этапов. Вначале контролируют исходную структуру изделия перед закалкой ТВЧ и по результатам измерений подразделяют изделия на группы с близкими магнитными свойствами исходной структуры, а затем проводят термообработку и последующий неразрушающий контроль по группам. Если удастся оценить магнитные свойства исходной структуры (измерить величину размагничивающего тока коэрцитиметра), то ее влияние на результаты контроля учитывается графически или аналитически:

$$h = A \frac{I_{ph}}{I_{pu}} - C, \quad (2)$$

где I_{ph} – размагничивающий ток коэрцитиметра при контроле поверхностно упрочненного изделия; I_{pu} – размагничивающий ток коэрцитиметра при контроле исходной структуры на термически необработанном участке изделия. Коэффициенты A и C зависят от выбора преобразователя, формы полюсных наконечников, геометрии изделия и определяются эмпирически для каждого отдельного случая.

Контроль прочностных свойств упрочненного слоя можно осуществить при малой глубине проникновения магнитного потока в изделие. Это достигается использованием приставных электромагнитов, удовлетворяющих условию $h > 0,6\sqrt{S_3}$. Таким образом, при использовании двух и более приставных электромагнитов, имеющих различное сечение и при наличии трех измеренных параметров, возможно определение твердости поверхностно упрочненных изделий:

$$HRC = a_0 + a_1 I_{pm} - a_2 \frac{I_{ph}}{I_{pu}} + a_3 I_{pu}, \quad (3)$$

где I_{pm} – размагничивающий ток коэрцитиметра, получаемый при контроле закаленной части изделия приставным электромагнитом с малым сечением полюса. При контроле штоков бурового оборудования коэффициенты $a=42,5$; $a_1=1,2$; $a_2=0,10$ и $a_3=0,16$ просчитаны на осно-

вании измерений магнитных и механических свойств изделий, прошедших поверхностную закалку и последующий отпуск при 150–180 °С. Аналогичный способ использован для контроля поверхностно закаленных шеек коленчатых валов [66] при помощи коэрцитиметра с двумя приставными электромагнитами, имеющими различное сечение полюсных наконечников, что позволило с большей степенью достоверности определять твердость и глубину закаленного слоя.

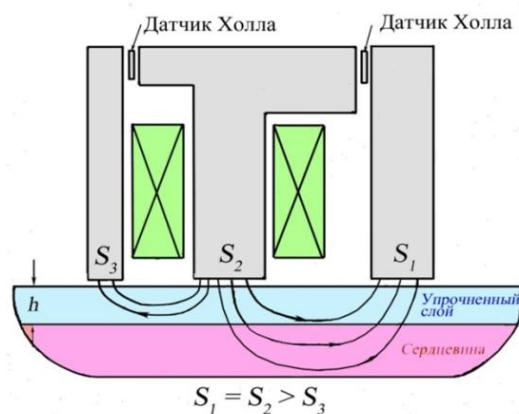


Рис. 19. Приставной Ш-образный электромагнит с различным сечением полюсов

Недостатком в использовании П-образных преобразователей является невозможность раздельного определения глубины и твердости упрочненного слоя одним электромагнитом, поэтому предложено использовать комбинированный Ш-образный магнит, у которого полюса имеют различное сечение (рис. 19). Использование подобных электромагнитов позволяет в процессе одного измерения получить информацию о толщине упрочненного слоя и его твердости [2, 3, 67–69].

Таким образом, с помощью магнитных методов возможны неразрушающее определение структуры, фазового состава и прочностных характеристик термически обработанных стальных и чугуновых изделий машиностроения, а также оценка глубины и твердости поверхностно упрочненных деталей.

Все описанные методы позволяют определять глубину и твердость поверхностных слоев, в то время как свойства неупрочненной сердцевины изделия иногда имеют важное значение для качества упрочненных изделий, особенно когда перед поверхностным упрочнением изделие подвергают объемной термической закалке и отпуску. Проблему одновременного определения свойств как поверхностно упрочненного слоя, так и сердцевины изделия можно в некоторых случаях решить путем использования особенностей перемангничивания двухслойного ферромагнетика [2, 3, 67–70].

Петля гистерезиса двухслойного ферромагнетика имеет искаженный вид. На рис. 20а показаны петли гистерезиса двух однородных материалов (кривые 1 и 2) и двухслойного образца (кривая 3), состоящего из этих материалов. Поскольку образцы представляли собой тороиды, имеющие одинаковые размеры, и перемангничивание происходило вдоль плоскости раздела слоев, кривая 3 может быть получена путем аддитивного сложения двух первых с учетом сечения каждого из слоев:

$$B(H) = \frac{S_1}{S} B_1(H) + \frac{S_2}{S} B_2(H), \quad (4)$$

где B_1 и B_2 – индукция первого и второго слоев; B – средняя по сечению индукция двухслойного образца; S – поперечное сечение двухслойного образца; S_1 и S_2 – поперечное сечение первого и второго слоев. Петли гистерезиса, рассчитанные по формуле (4) и определенные экспериментально, практически совпадали. Перегибы петли гистерезиса (рис.20, кри-

вая 3), свидетельствуя о наличии второго слоя, отличного от основной массы материала, не характеризуют количественно ни его толщину, ни его свойства.

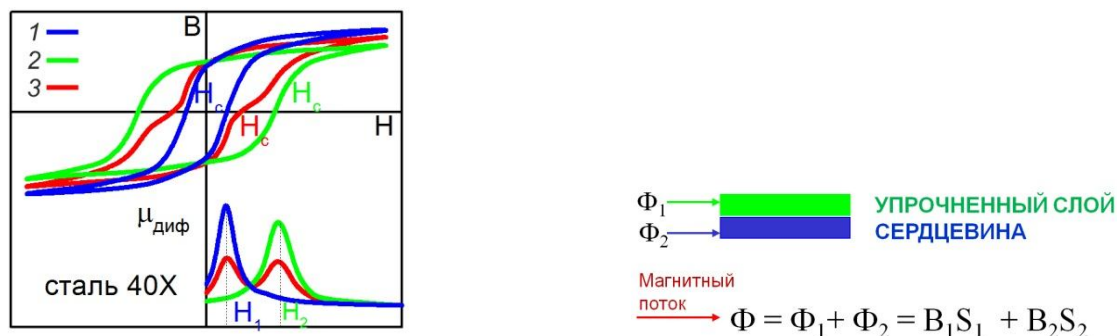


Рис. 20. Петли магнитного гистерезиса и дифференциальные проницаемости однородных и двухслойных изделий

Более информативна зависимость дифференциальной магнитной проницаемости $\mu_{\text{диф}}$ от напряженности перемещающего поля H . Наиболее простым способом получения зависимостей $\mu_{\text{диф}}(H)$ и определения полей H_1 и H_2 , при которых происходит образование перегибов, является измерение ЭДС катушки, охватывающей образец при его перемещении линейно изменяющимся током. При этом

$$e = -\omega \frac{d\Phi}{dt} = -\omega \frac{d\Phi}{dH} \frac{dH}{dt} = -\omega \frac{dH}{dt} \left(\frac{d\Phi_1}{dH} + \frac{d\Phi_2}{dH} \right) \approx -\omega \frac{dH}{dt} (S_1 \mu_{\text{диф}1} + S_2 \mu_{\text{диф}2}), \quad (5)$$

где Φ , Φ_1 , Φ_2 – магнитные потоки в двухслойном образце и в каждом из слоев соответственно. Поскольку $\frac{dH}{dt} = \text{const}$, то

$$e = k(S_1 \mu_{\text{диф}1} + S_2 \mu_{\text{диф}2}). \quad (6)$$

Если слои однородны по своему сечению, то

$$h \mu_{\text{диф}} = h_1 \mu_{\text{диф}1} + h_2 \mu_{\text{диф}2}, \quad (7)$$

где h_1 и h_2 – относительные толщины каждого из слоев. Как правило, проницаемость магнитоупрочненного слоя мала в поле, при котором проницаемость магнитомягкого слоя достигает своего максимума, и наоборот, т. е. дифференциальная магнитная проницаемость в поле $H_{\mu_{\text{диф}1}}$ будет определяться произведением $h_1 \mu_{\text{диф}1}$, а в поле $H_{\mu_{\text{диф}2}} - h_2 \mu_{\text{диф}2}$. Известно, что поле максимальной дифференциальной проницаемости образца практически совпадает со значением его коэрцитивной силы. Таким образом, находя значения H_1 и H_2 по местоположению максимумов e на кривой $e(H)$ (см. рис. 20) для двухслойного образца, можно получить информацию о величине коэрцитивной силы и физическо-механических свойствах того или другого слоя, а по известным закономерностям $e \approx \mu_{\text{диф} \max_2}$ определить толщину закаленного слоя.

Дифференциальная магнитная проницаемость, определенная при линейно измеряющемся во времени поле путем измерения ЭДС измерительной обмотки, для серии модельных образцов с различными толщинами закаленного слоя и сердцевинки представлена на рис. 21а. Видно, что максимумы $\mu_{\text{диф}}$ наблюдаются примерно в одном и том же поле для образцов с различным соотношением слоев и с одинаковыми от образца к образцу свойствами этих слоев. На рис. 21б приведены зависимости для однородных (кривые 1 и 2) и двухслойных (кривая 3) образцов стали 45. Слои последних изготовлены из тех же материалов, что и однород-

ные образцы. Из рисунка следует, что поля максимальной дифференциальной проницаемости однородных материалов соответствуют аналогичным полям двухслойных образцов, изготовленных из тех же материалов.

Таким образом, поле максимальной дифференциальной магнитной проницаемости характеризует структурное состояние каждой из компонент, а высоты пиков относительное содержание каждой из компонент (в нашем случае толщины поверхностно упрочненного слоя и сердцевины изделия).

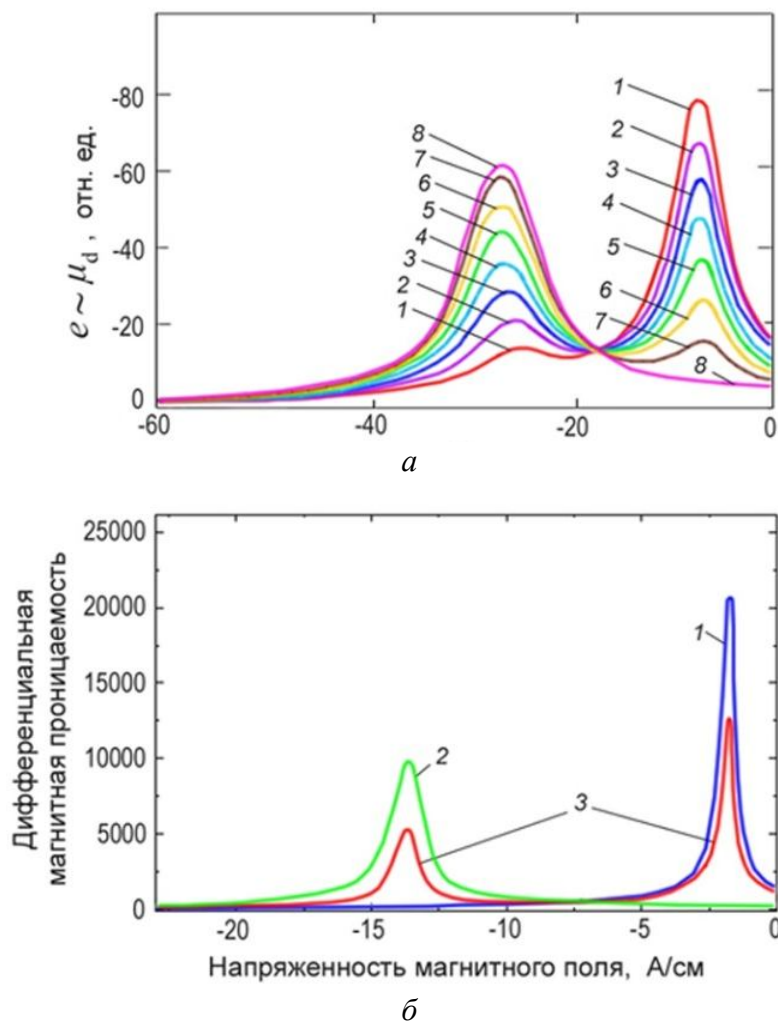


Рис. 21. Полевые зависимости дифференциальной магнитной проницаемости для однородных и двухслойных тороидов:

a – с различным содержанием магнитомягкого и магнитожесткого слоев:

1 – толщина магнитомягкого слоя 7 мм, магнитожесткого 1 мм, 2 – 6 и 2 мм, 3 – 5 и 3 мм, 4 – 4 и 4 мм, 5 – 3 и 5 мм, 6 – 2 и 6 мм, 7 – 1 и 7 мм, 8 – 0 и 8 мм;

б – с различными по свойствам упрочненными слоями:

1 – однородный образец из стали 45 в исходном состоянии;
2 – однородный образец из стали 45, закаленный в масло;
3 – двухслойный образец, составленный из материалов 1 и 2

Наглядно изменение структуры и дифференциальной магнитной проницаемости можно проследить на примере рис. 22. Поверхностное упрочнение лазером приводит к образованию мартенситных структур (структура 1) с повышенной твердостью поверхностного слоя и соответствующего этой структуре пика $\mu_{\text{диф}}$. Второй относительно больший пик соответ-

вует сердцевине изделия (структура 3). Послойное сошлифовывание поверхностного слоя приводит к постепенному уменьшению пика $\mu_{\text{диф}}$ от упрочненного слоя.

1 – поверхностный слой; 2 – переходная зона; 3 – сердцевина образца

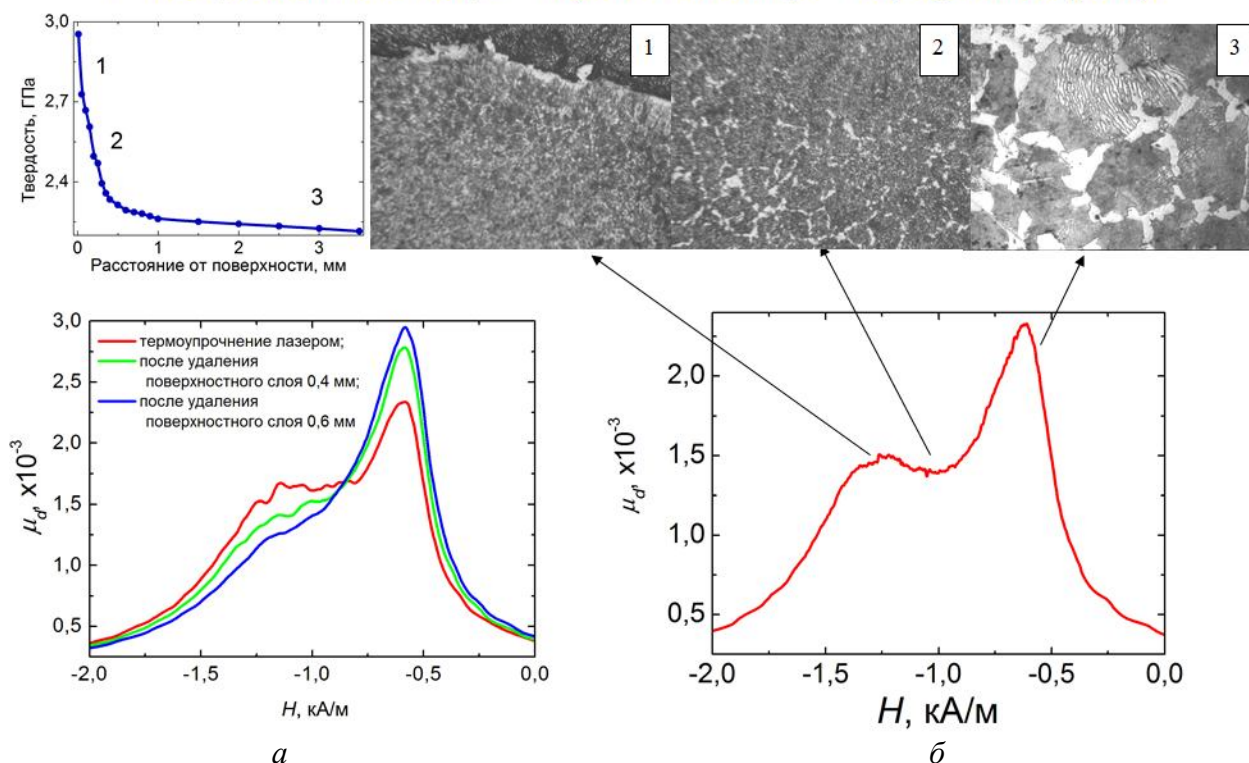


Рис. 22. Микроструктура, магнитные характеристики и твердость образца стали 45, термоупрочненного лазером

Аналогичные закономерности изменения максимальной дифференциальной магнитной проницаемости были получены для образцов, вырезанных из сварных соединений, которые имеют различающиеся структуры основного металла и околошовной зоны (рис. 23).

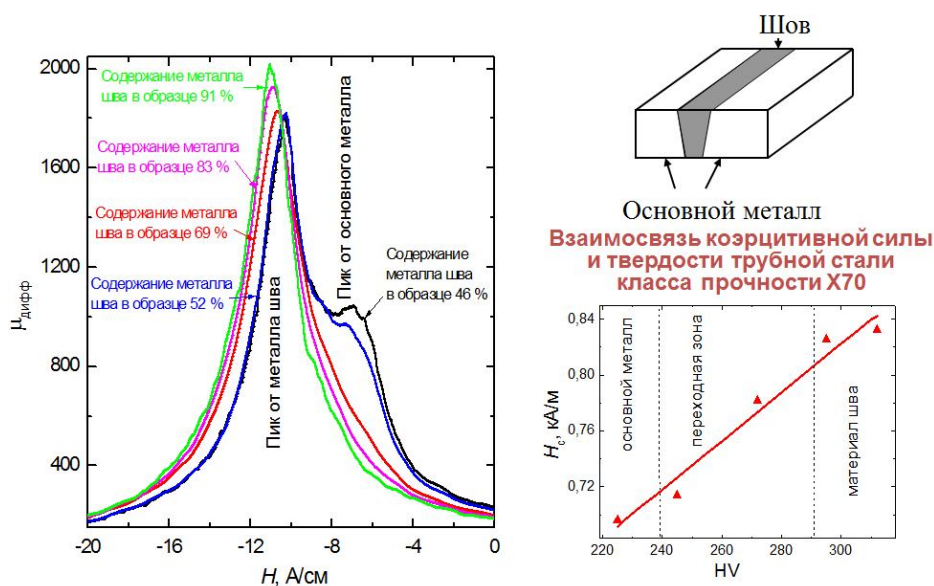


Рис. 23. Полевые зависимости дифференциальной магнитной проницаемости образцов сварных соединений при различном соотношении в них основного металла и металла шва

В зависимости от того, какой объем анализируется в зоне контроля, зависят высоты пиков для обеих составляющих. Из рис. 24 следует, что по мере сокращения объема металла околошовной зоны высота соответствующего пика уменьшается.

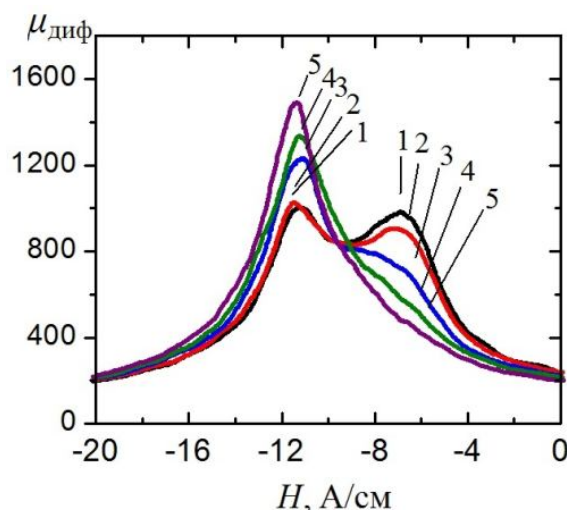


Рис. 24. Полевые зависимости дифференциальной магнитной проницаемости для различных вариантов изменения ширины всего образца со сварным соединением из стали X70:

1 – ширина образца 45 мм; 2 – 40; 3 – 30; 4 – 25; 5 – 20

Таким образом, на основе зависимостей $\mu_{\text{диф}}(H)$ как на стадии изготовления, так и в процессе эксплуатации контролируемого изделия, по значениям напряженности магнитного поля, в которых локализируются максимумы дифференциальной магнитной проницаемости, можно отслеживать изменения структурного состояния и механических характеристик отдельных зон, имеющих различия магнитных свойств.

Литература

1. Kryloff M. Balance electro-magnetique pour l'essai des proprietes des asiers et des fers. – Revur Metallurgie, 1905. – № 2. – P. 425–440.
2. Михеев М. Н., Горкунов Э. С. Магнитные методы структурного анализа и неразрушающего контроля. – М.: Наука, 1993. – 251 с.
3. Щербинин В. Е., Горкунов Э. С. Магнитный контроль качества металлов. – Екатеринбург: УрО РАН, 1996. – 264 с.
4. Горкунов Э. С., Ульянов А. И. Магнитные методы и приборы контроля качества изделий порошковой металлургии. – Екатеринбург: УрО РАН, 1996. – 204 с.
5. Yensen T. D., Ziegler N. A. Magnetic properties of iron as affected by carbon, oxygen and grain-size / Trans. Amer. Soc. Met. – 1935. – Vol. 23. – P. 556–557.
6. Sizoo G. J. Über den Zusammenhang zwischen Korngröße und magnetischen Eigenschaften bei reinem Eisen // Ztschr. Phys. – 1928. – Bd. 1. – S. 557–561.
7. Производство низкоуглеродистого железа / Р. Д. Гутнов, Б. Н. Сухотин, И. Я. Сокол и др. – М.: Металлургия, 1973. – С. 7–20.
8. Литвиненко Д. А., Матросов Ю. И. Влияние регулируемой прокатки на свойства сталей // Сталь. – 1974. – № 10. – С. 931–936.
9. Дреге В. Сталь как конструкционный материал. – М.: Металлургия, 1967. – 375 с.
10. Коган Л. И., Клейнер Л. М., Энтин Р. И. Особенности превращения аустенита в малоуглеродистых легированных сталях // ФММ. – 1976. – Т. 41, вып. 1. – С. 118–123.
11. Одинг М. А. Прочность металлов. – М.-Ленинград: ОНТИ МетП, 1957. – 565 с.

12. Бернштейн М. Л. Структура деформированных сплавов. – М.: Металлургия, 1977. – 430 с.
13. Вистер Г. И., Даль В., Хэнгстэнберг Х. Влияние условий прокатки в особенности температуры ее конца на механические свойства низколегированных и низкоуглеродистых сталей // Черные металлы. – 1962. – № 17. – С. 34–46.
14. Kneller E. Ferromagnetismus. – Berlin, Guttingen, Heidelberg: Springer-Verlag, 1962. – 792 s.
15. Лифшиц Б. Г. Физические свойства металлов и сплавов. – М.: Машгиз, 1959. – 368 с.
16. Mel'gui M. A., Vostrikov A. A., Zborovskii A. A. Magnetic inspection of the mechanical properties of cold-rolled steel sheet // The Soviet journal of nondestructive testing. – 1971. – Vol. 7. – № 3. – P. 248–252.
17. Бида Г. В., Горкунов Э. С., Шевнин В. М. Магнитный контроль механических свойств проката. – Екатеринбург: УрО РАН, 2002. – 251 с.
18. Mikheev M. N., Gorkunov E. S. Magnetic method of nondestructive testing of the structure condition and strength characteristics of heat-treated parts (review) // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1985. – Vol. 21, № 5. – P. 330–333.
19. Gorkunov E. S. Magnetic structure and phase analysis of ferromagnetic steels and alloys // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 1991. – № 4. – P. 231–259.
20. Морозова В. М., Михеев М. Н. Магнитные и электрические свойства закаленных и отпущенных углеродистых сталей // Тр. ИФМ АН СССР. – 1965. – Вып. 24. – С. 26–35.
21. Михеев М. Н., Жукова П. Н., Томилов Г. С. Магнитные и электрические свойства легированных сталей после различных термических обработок // Тр. ИФМ АН СССР. – 1954. – Вып. 15. – С. 90–102.
22. Mikheev M. N., Somova V. M., Gorkunov E. S. Magnetic inspection for quality control of heat treatment of products made of structural steel grades 45 and 50 // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1980. – № 7. – P. 495–500.
23. Михеев М. Н., Горкунов Э. С. Магнитные методы контроля закалки и последующего отпуска изделий из низколегированных конструкционных сталей // Тр. ИФМ АН СССР. – 1979. – Вып. 37. – С. 3–14.
24. Interrelation of the magnetic and mechanical properties with the structural state of hardened and tempered products / M. N. Mikheev, E. S. Gorkunov, V. M. Somova, A. B. Kut'kin // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1982. – Vol. 18, № 9. – P. 725–732.
25. Жукова П. Н., Михеев М. Н. Магнитные свойства хромоникельмолибденовых сталей после различной термической обработки // ЖТФ. – 1948. – Т. 18, вып. 2. – С. 187–196.
26. Magnetic, electrical and mechanical properties of steel 35SGM after hardening and tempering / I. A. Kuznetsov, A. I. Bagrov, L. Kh. Radionova, V. M. Somova // The Soviet journal of nondestructive testing. – 1978. – Vol. 14. – № 7. – P. 609–614.
27. Gorkunov E. S., Mikheev M. N., Dunaev F. N. Effects of heat treatment on the magnetic and electrical properties of 18KhNVA, 34KhN3M, and U9A steels // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1975. – № 3. – P. 368–373.
28. Mikheev M. N., Gorkunov E. S. Magnetic methods of monitoring Quality of heat treatment // Melbourne: Ninth world conference on non-destructive testing. – 1979. – 4A–10.
29. Mikheev M. N., Somova V. M., Gorkunov E. S. Nondestructive magnetic quality-control method for the heat treatment of steels 30KhN2MFA and 40Kh // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1979. – no. 10. – P. 863–868.
30. Михеев М. Н., Горкунов Э. С. О возможных причинах различия процессов перемагничивания в слабых и средних магнитных полях термически обработанных конструкционных сталей // ФММ. – 1981. – Т. 51, вып. 4. – С. 749–755.
31. Magnetic inspection of products of steels 7Kh3, 9KhF, 50KhNM, U10A after low and medium tempering / E. S. Gorkunov, V. N. Kostin, M. V. Tartachnaya, A. G. Glazistov, V. N. Shalaev // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1990. – no. 1. – P. 65–70.

32. Gorkunov E. S., Gavrilova L. D., Nichipuruk A. P. Magnetic and electromagnetic method for quality control of quenching and tempering and determination of retained austenite in 95Kh18 steel products // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 1995. – no. 12. – P. 897–905.
33. Mikheev M. N., Gorkunov E. S., Dunaev F. N. Nondestructive magnetic inspection of hardened and tempered parts of low-alloy constructional and plain carbon steel. I // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1977. – no. 6. – P. 613–617.
34. Mikheev M. N., Gorkunov E. S., Dunaev F. N. Nondestructive magnetic inspection of hardened and tempered parts of low-alloy constructional and plain carbon steel. II // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1977. – no. 6. – P. 618–622.
35. Магнитный контроль качества закалки и отпуска деталей шариковых и роликовых подшипников / М. Н. Михеев, Г. С. Томилов, М. Ф. Помухин и др. // Заводская лаборатория. – 1956. – № 5. – С. 549–555.
36. Differential measuring instrument of magnetic characteristics / M. N. Mikheev, E. S. Gorkunov, A. V. Antonova, M. I. Shirobokov, V. V. Nikitin // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1982. – no. 12. – P. 982 – 984.
37. Filippov A. V., Gorkunov E. S., Kuzminykh V. P. The Dimkh-2 magnetic characteristic differential gauge // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1990. – no. 4. – P. 280–283.
38. Использование дифференциальных магнитных структуроскопов для контроля качества композитных материалов / Э. С. Горкунов, Г. В. Сурин, А. П. Ничипурук, В. М. Сомова // Механика композитных материалов. – 1992. – № 6. – С. 838–840.
39. Gorkunov E. S., Somova V. M., Buldakova N. B. Resistance of the remanent magnetization state of steel subjected to various heat treatments to the effect of constant demagnetizing fields // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1986. – no. 9. – P. 586–594.
40. Gorkunov E. S., Batukhtina I. N. Examination of the kinetics of magnetic properties in tempering structural steel with special reference to active inspection of their quality // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1987. – Vol. 23, no. 3. – P. 177–182.
41. Перкас М. Д., Кардонский В. М. Высокопрочные мартенситостареющие стали – М.: Металлургия, 1970. – 224 с.
42. Перкас М. Д. Структура и свойства высокопрочных сталей со стареющим мартенситом // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1970. – № 7. – С. 12–24.
43. Лившиц Б. Г., Крапошин В. С., Линецкий Я. Л. Физические свойства металлов и сплавов – М.: Металлургия, 1980. – 318 с.
44. Магнитные свойства железоникелевых сплавов, легированных алюминием и титаном, после отпуска в интервале температур $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения / И. Я. Дехтяр, В. В. Полотнюк, В. Г. Горбач и др. // Металлофизика. – 1984. – Т. 6, № 2. – С. 65–69.
45. Сокол И. Я. Двухфазные стали. – М.: Металлургия, 1974. – 216 с.
46. Гудремон Э. Специальные стали. – М.: Металлургия, 1966. – Т. 1. – 736 с.
47. Examination of the possibilities of magnetic inspection of the susceptibility of a two-phase ferritic-austenitic steel to embrittlement / V. V. Zabilskii, E. S. Gorkunov, N. I. Ugarova, I. M. Murakhovskii // The Soviet Journal of Nondestructive Testing. – 1987. – Vol. 23, no. 3. – P. 177–182.
48. Hoshino A. Influence of austenite on toughness of two phase stainless steels / A. Hoshino, K. Nakao, M. Kanao // Trans. Nat. Res. Inst. Met. – 1980. – Vol. 22, no. 4. – P. 185–194.
49. Precipitation behavior of σ -phase in duplex phase stainless / C. Maehara, M. Koike, N. Fujine, T. Kunitake // Tetsu to hanage. – 1981. – Vol. 67, no. 3. – P. 577–587.
50. Коршунов Л. Г., Макаров А. В., Осинцева А. Л. Исследование износостойкости и структурных превращений при абразивном изнашивании стали У8, упрочненной лазером // Трение и износ. – 1988. – Т. 9, № 1. – С. 52–59.
51. Макаров А. В., Коршунов Л. Г., Осинцева А. Л. Влияние отпуска и фрикционного нагрева на износостойкость стали У8, закаленной лазером // Трение и износ. – 1991. – Т. 12, № 5. – С. 870–878.

52. Korshunov L. G., Makarov A. V., Chernenko N. L. Structural aspects of wear resistance of martensitic steels // *The Physics of metals and metallography*. – 1994. – Vol. 78, no. 4. – P. 442–453.
53. Magnetic and electromagnetic methods of evaluating the wear resistance of steel products / E. S. Gorkunov, V. M. Somova, A. V. Makarov, L. Kh. Kogan, L. G. Korshunov // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 1995. – no. 6. – P. 427–432.
54. Морозова В. М., Михеев М. Н., Поморцева Л. В. Магнитные и электрические свойства сталей 17ХН2, 20Х3А, 17Х3МА и цементированных слоев на их основе // *Дефектоскопия*. – 1966. – № 5. – С. 7–17.
55. Михеев М. Н. Магнитный метод контроля толщины закаленных, цементированных, азотированных и обезуглероженных слоев на стальных изделиях // *Изв. АН СССР (ОТН)*. – 1943. – № 5–6. – С. 53–68.
56. Kuznetsov I. A., Somova V. M., Skripova N. M. Magnetic, electrical and mechanical properties of 12KhN3A steel and it's case-hardened layers // *The Soviet journal of nondestructive testing*. – 1974. – Vol. 10, no. 4. – P. 464–468.
57. Магнитные, электрические, механические свойства сталей 20ХГР, 20ХГНР и их цементированных слоев / И. А. Кузнецов, В. М. Сомова, Т. П. Царькова, Ю. П. Башкиров // В кн.: *Структура и свойства твердых тел*. – Свердловск: УрГУ. – 1973. – Вып. 1. – С. 164–184.
58. Kuznetsov I. A., Skripova N. M. Magnetic, electrical and mechanical properties of 12KhN3A and 12Kh2N4A steels and of case-hardened layers on them // *The Soviet journal of nondestructive testing*. – 1982. – V. 18, no. 12. – P. 985–990.
59. Kuznetsov I. A., Tsarkova T. P., Shepelev E. V. Electromagnetomechanical properties of cold-worked and heat-treated 11YuA steel // *The Soviet journal of nondestructive testing*. – 1978. – Vol. 14, no. 1. – P. 17–23.
60. Using coercimeters with attached electromagnets to inspect massive steel objects / M. N. Mikheev, L. A. Fridman, V. M. Morozova, V. P. Tabachnik, G. V. Biba, E. S. Gorkunov, G. S. Chernova // *The Soviet journal of nondestructive testing*. – 1978. – Vol. 14, no. 8. – P. 713–717.
61. Магнитный контроль глубины закаленного слоя и твердости стальных деталей, закаливаемых токами высокой частоты / М. Н. Михеев, И. А. Кузнецов, Г. С. Томилов, С. Д. Филиппов // *Труды ИФМ АН СССР*. – Свердловск, 1959. – Вып. 21. – С. 205–208.
62. Магнитный контроль глубины активного закаленного слоя валков холодной прокатки / М. Н. Михеев, В. М. Морозова, Г. С. Томилов и др. // *Заводская лаборатория*. – 1956. – № 1. – С. 52–56.
63. Effects of coercive force and thickness of tested articles on the outputs of coercive force meters having an attached electromagnet / M. N. Mikheev, V. M. Morozova, G. V. Surin, et al. // *The Soviet journal of nondestructive testing*. – 1970. – no. 5. – P. 575–577.
64. Magnetic methods of checking the depth of the hardened layer of machine saw blades / E. S. Gorkunov, V. G. Ermolaev, B. M. Lapidus, N. A. Lyashenko, V. G. Sterkhov, A. I. Ulyanov // *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*. – 1981. – Vol. 17, no. 11. – P. 878–881.
65. Mikheev M. N., Gorkunov E. S., Vostrotina T. I. Inspecting the heat-treatment quality of higt-frequency induction-hardened parts // *The Soviet Journal of Nondestructive Testing*. – 1976. – no. 1. – P. 49–52.
66. Quality control of the case hardening of steel products made from steel 45 / E. S. Aldicheva, M. M. Valiev, Z. G. Kaganov, S. T. Kusimov // *The Soviet journal of nondestructive testing*. – 1976. – Vol. 12, no. 6. – P. 612–614.
67. Горкунов Э. С., Лapidус Б. М. Магнитные свойства двухслойных ферромагнетиков применительно к контролю качества поверхностно упрочненных изделий // *Сб. Структурно-фазовые превращения в металлах: проблемы прочности и пластичности*. – Свердловск: УНЦ АН СССР. – 1987. – С. 103–110.
68. Горкунов Э. С., Лapidус Б. М. Электромагнитные методы и средства контроля каче-

ства поверхностного упрочнения стальных изделий /. – Свердловск: РИСО УНЦ АН СССР. – 1986. – С. 47.

69. Горкунов Э. С., Лapidус Б. М. Магнитные методы контроля качества поверхностного упрочнения стальных изделий /. – Свердловск: РИСО УНЦ АН СССР. – 1986. – С. 56.

70. Lapidus B. M., Gorkunov E. S., Voronov S. F. A magnetic method of determining the structural state and thickness of hardened layers on steel components // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 1992. – Vol. 74, № 6. – P. 593–597.

71. Gorkunov E. S., Zakharov V. A. Coercimeters with magnetic attachments (Review) // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 1995. – № 8. – P. 625–641.

USE OF ELASTIC WAVE REFLECTION MECHANISM FOR DETERMINING CONTACT STRESSES IN SHROUDED TOOLS

M. Mikhovski^{1*}

¹*V.A. Belyi Metal Polymer Research Institute of National Academy of Sciences of Belarus, 4 Akad. G. Boncheva st., Sofiya, Republic of Belarus.*

*Corresponding author. E-mail: nntdd@abv.bg ; address for correspondence: ul. Akad. G. Boncheva 4, 000000, Sofiya, Republic of Belarus. Tel.: +35929797120.

The paper presents an ultrasonic method for determining the acting mechanical stresses in the matrix-band contact layer in the shrouded tools for pressing. It also deals with a physical model based on the theory of wave propagation in porous laminated structures. The results of monitoring the shrouded tools are presented.

Key words: shrouded tools, ultrasonic waves, contact stresses.

References

1. Kortenski Kh., Marinov M., Mikhovski M., Pushev G., Manolova V. *Method for determining contact stresses in shrouded tools*, inventor's certificate 26905 MPK 601N29/04.
2. Marinov M., Petkanchin L., Pushev G., Kostov G., Mikhovski M., Manolova V.. *Device for determining contact stresses in shrouded tools*, inventor's certificate 37491 MPK 601N29/04.
3. Trenie, iznashivanie i smazka. Kn.2 (Friction, Wear & Lubrication. Vol 2). Ed.: I.V. Kragelskii, V.V. Alisin. Moscow, Mashinostrenie Publ., 1979. 358 p. (In Russian).
4. Demkin N.V. *Kontaktirovanie scherokhovatykh poverkhnostei* (Contact of Rough Surfaces). Moscow, Nauka Publ., 1970, 226 p. (In Russian).
5. Mikhovski M. Investigation of possibility for non-destructive testing the iron-based powder materials. Ph. D. diss., Taganrog, 1973.
6. Brekhovskikh L.M. *Volny v sloistykh sredakh* (Waves in Stratified Medium). Moscow, AN SSSR Publ., 1957. 343 p. (In Russian).

УДК 620.179.16:53.082.4

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕХАНИЗМА ОТРАЖЕНИЯ УПРУГИХ ВОЛН ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНТАКТНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В БАНДАЖИРОВАННЫХ ИНСТРУМЕНТАХ

М. Миховски^{1*}

¹ Государственное научное учреждение «Институт механики металлополимерных систем им. В. А. Белого
Национальной академии наук Беларуси», София, ул. акад. Г. Бончева, бл. 4, Болгария

*Ответственный автор. Электронная почта: nntdd@abv.bg; адрес для переписки: ул. акад. Г. Бончева, 4, София,
Республика Болгария. Телефон: +35929797120.

В работе представлены ультразвуковой метод определения действующих механических напряжений в контактном слое матрица-бандаж в бандажированных инструментах для прессования и физическая модель метода, разработанного на основе теории распространения упругих волн в слоистых структурах. Приведены результаты контроля бандажированных инструментов.

Ключевые слова: бандажированные инструменты, упругие волны, контактные напряжения.

1. Введение

Надежность инструмента для обработки металлов и сплавов пластическим деформированием зависит от изнашивания и разрушения пуансонов и матриц. Износостойкость инструмента определяется использованной сталью, технологической смазкой, шероховатостью поверхностей и температурой в рабочей зоне. Разрушение инструмента связано прежде всего с величиной и характером распределения механических напряжений. В бандажированных инструментах для пластической деформации разрушение пуансона наблюдается редко. Обычно в матрицах возникают трещины, ориентированные в продольном и в поперечном направлениях. Путем применения бандажирования матрицы можно оптимизировать уровень механических напряжений и обеспечить долговечную и эффективную работу инструмента.

Существуют различные методы определения механических напряжений в контактном слое между матрицей и бандажом. Большое практическое применение имеет ультразвуковой метод исследования контактного взаимодействия. В этом методе используется зависимость параметров (прежде всего затухания и скорости) ультразвуковой волны, которая отражается от контактного слоя, от акустических характеристик этого слоя. В [1, 2] описаны ультразвуковой метод и аппаратура для неразрушающего контроля действующих контактных напряжений в инструментах, предназначенных для холодного деформирования. Информативным параметром является амплитуда сигнала, отраженного от контактного слоя.

2. Акустическая модель метода

Акустическая модель для описания явлений, происходящих в контактной зоне при нагружении плоскопараллельных пластин, разработана с учетом трибологических явлений [3, 4], особенностей распространения упругих волн в пористых материалах [5] и теории распространения упругих волн в слоистых средах [6].

На плоскую границу двух однородных изотропных сред с одинаковыми акустическими свойствами падает продольная упругая волна. Шероховатость поверхностей контактирующих сред приводит к образованию контактной зоны, размер которой

значительно меньше размеров соприкасающихся сред и длины волны. Из-за наличия контактной зоны происходит частичное отражение и прохождение упругой волны во вторую среду. Амплитуды падающих и отраженных упругих волн обозначены соответственно A и A_0 , причем $A_0 = AR$, R – коэффициент отражения слоя.

При исследовании контактных явлений в трех пластинах, подвергнутых механическому деформированию, информационными сигналами являются:

$$\begin{aligned} A_0 &= AR_{1,2}; \\ A_{00} &= AD_{1,2}D_{2,1}R_{2,3}, \end{aligned} \quad (1)$$

где $R_{i,k}$ – коэффициент отражения от контактного слоя между пластинами i и k , $D_{1,2}$, $D_{2,1}$ – коэффициенты прохождения ультразвуковых волн на границах 1 и 2, 2 и 1 пластин. При отсутствии контактного слоя считается, что $R = 1$ и $A = A_0$. A_{00} – амплитуда отраженного сигнала на границе 2–3, $R_{2,3}$ – коэффициент отражения на границе 2–3.

Согласно [6], для случая нормального падения упругой волны на слой зависимость амплитудного коэффициента отражения R от слоя описывается следующим выражением:

$$R^2 = \frac{(m^2 - 1)^2}{4m^2 \operatorname{ctg} 2\pi \delta_x f / c_x + (m^2 + 1)^2}, \quad (2)$$

где $m = z_x/z$; $z_x = \rho_x c_x$; $z = \rho c$ – акустические сопротивления; ρ_x , ρ , c_x , c – плотности и скорости распространения упругих продольных волн в контактном слое и в прилегающих средах; f – частота упругой волны; δ_x – толщина контактного слоя.

Слой между средами 1 и 2 рассматривается как пористая среда, состоящая из статистической совокупности упругих частиц. Если со стороны прилегающих сред на граничный слой действует равномерно распределенная сила P , изменяющаяся от нуля до заданного значения P_k , то происходит изменение акустических характеристик слоя, равномерное по всей его протяженности. Величина силы P_k всегда может быть выбрана так, что акустические параметры прилегающих сред будут оставаться постоянными при действии силы $P < P_k$. Передача давления через граничный слой реализуется через множество единичных контактов дискретных частиц слоя, причем давление в этих точках контакта значительно превышает величину среднего давления на контактный слой. Согласно современным представлениям о деформировании нагруженного контактного слоя в условиях трения покоя [3, 4] его уплотнение проходит в три стадии: уплотнение из-за скольжения и деформирования крупных неровностей, уплотнение за счет деформирования приконтактных областей и уплотнение при деформировании больших объемов слоя. В слое действуют контактные напряжения $\sigma = P/s$, где s – площадь контактирующих пластин.

Слой характеризуется толщиной (δ), пористостью (p), плотностью (ρ) и скоростью распространения продольных упругих волн (c). Индексы 0 и x соответствуют характеристикам ненагруженного слоя и для слоя с приложенной нагрузкой P соответственно. Для пористых сред зависимости между акустическими характеристиками можно выразить следующим образом:

$$\begin{aligned} c_x &= c/(1 - ap_x), & c_0 &= c/(1 - ap_0), \\ \rho_x &= \rho/(1 - p_x), & \rho_0 &= \rho/(1 - p_0), \end{aligned} \quad (3)$$

где a – постоянная величина, определяемая экспериментально. Исследование изменения геометрических характеристик контакта двух шероховатых сред в условиях нагружения показывает, что толщина слоя изменяется по закону [3, 4]:

$$\delta_x = \delta_0 [1 - F(P)]. \quad (4)$$

Функциональные зависимости $F(P)$ получены экспериментально для случаев контакта двух сред с различной шероховатостью и волнистостью, для сред с различными механическими характеристиками в условиях упругого и пластического деформирования при однократном и многократном нагружении. Следовательно, эта функция известна, если имеются данные о механических характеристиках прилегающих сред, микрогеометрии контактирующих поверхностей и режимах нагружения. Толщина слоя δ_0 определяется исходя из соображений [3, 4] для различных случаев контактного взаимодействия.

В процессе деформирования контактного слоя изменяются толщина и пористость слоя, а его масса сохраняется. Следовательно, для контактного слоя может быть записано следующее равенство:

$$\rho_x \delta_x = \rho_0 \delta_0. \quad (5)$$

После подстановки (3) и (4) в (2) зависимости пористости, плотности и скорости распространения упругих волн в слое от приложенной нагрузки принимают вид:

$$\rho_x = \rho A/B, \quad p_x = 1 - A/B, \quad c_x = cB/M, \quad (6)$$

$$A = 1 - p_0, \quad B = 1 - F(P), \quad M = B(1 - a) + aA.$$

Амплитудный коэффициент отражения упругих волн от контактного слоя, с учетом сделанных преобразований, определяется по формуле:

$$R^2 = \frac{(A^2 - M^2)^2}{4A^2M^2 \operatorname{ctg} 2\pi \delta M / c + (A^2 + M^2)^2}. \quad (7)$$

На рис. 1 представлена часть результатов расчетов изменения коэффициента отражения упругих волн ΔR для случая пластического деформирования контактных областей в условиях однократного нагружения. Кривые даны для различных частот (3, 6 и 12 МГц) упругих волн, для различных степеней шероховатости контактирующих поверхностей и толщин контактного слоя δ и пористости при условии, что шероховатость контактирующих поверхностей одинакова.

На рис. 2 представлена расчетная зависимость $\Delta R = F(\sigma)$ для случая однократного нагружения плоскопараллельных пластин из стали 40Х и Х12М твердостью 40 – 50 HRC. Расчеты сделаны для частоты ультразвукового сигнала 12 МГц, $\delta_0 = 9,4$ мкм и $p_0 = 0,55$. Точками обозначены результаты эксперимента определения ΔR при нагружении пяти пар пластин. Различие экспериментальных и расчетных данных не превышает 0,2 дБ.

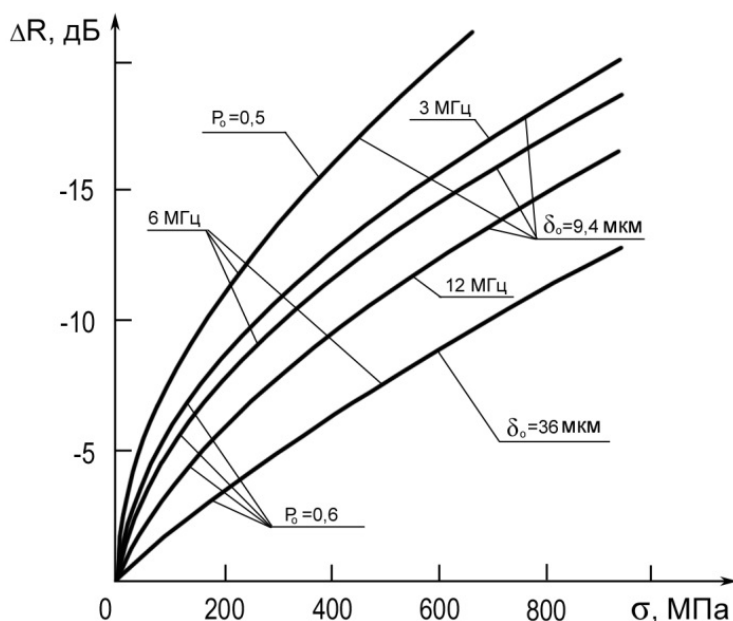


Рис. 1. Изменение коэффициента отражения ΔR при нагрузке пластин в зависимости от частоты f , толщины слоя δ и пористости p

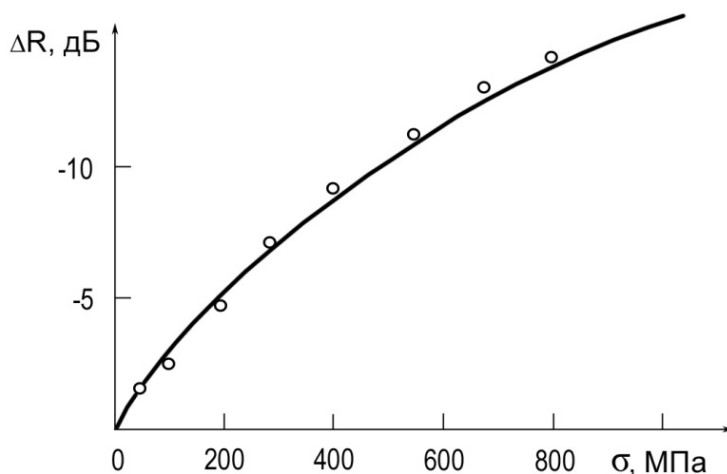


Рис. 2. Калибровочная кривая $\Delta R = F(\sigma)$ для контактного слоя стали X12M и стали 40X

Анализ полученных результатов показывает хорошее совпадение расчетных и экспериментальных данных, что дает основание использовать принятую акустическую модель в экспериментах, связанных с получением калибровочных зависимостей для определения действующих контактных напряжений в инструментах для холодной объемной деформации.

Исходя из полученных результатов можно рекомендовать оптимизацию выбора рабочих частот с целью увеличения чувствительности ультразвукового неразрушающего метода определения контактных напряжений.

3. Аппаратура. Методика. Результаты

На рис. 3 представлена блок-схема разработанной специализированной аппаратуры контроля бандажированных инструментов для изготовления болтов. Она включает ультразвуковой дефектоскоп (1) с ультразвуковым преобразователем (2), электродвигатель (3), синхронизатор работы электродвигателя (4) и регистрирующее устройство (5).

Контролируемый инструмент закрепляется на направляющих в стойке. Аппаратура обеспечивает вращательное движение инструмента и поступательное движение ультразвукового преобразователя. С целью повышения точности измерения параметров отраженного от контактного слоя ультразвукового сигнала реализован щелевой контакт в локальной иммерсионной ванне между преобразователем и объектом контроля. Специальная схема регистрации обеспечивает измерение амплитуды сигнала с погрешностью не более 0,005 мВ. Управление механизмом измерительного стенда, регистрация измеряемых параметров и определение контактных давлений по заранее вводимым калибровочным зависимостям для контролируемых одно- и двухбандажных инструментов осуществляются с помощью персонального компьютера.

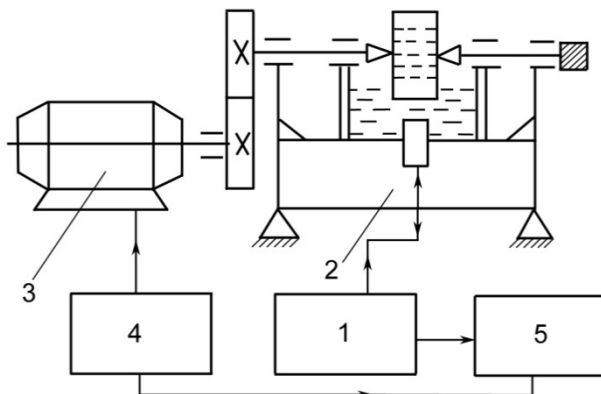


Рис. 3. Блок-схема установки контроля бандажированных инструментов для изготовления болтов:

1 – ультразвуковой дефектоскоп, 2 – ультразвуковой преобразователь, 3 – электродвигатель, 4 – синхронизатор работы электродвигателя, 5 – регистрирующее устройство

На рис. 4 и 5 представлены результаты распределения контактных механических напряжений одно- и двухбандажного инструмента соответственно. Обозначения σ_{b-b} и σ_{b-m} относятся для распределения напряжений на границах бандаж–бандаж и бандаж–матрица соответственно.

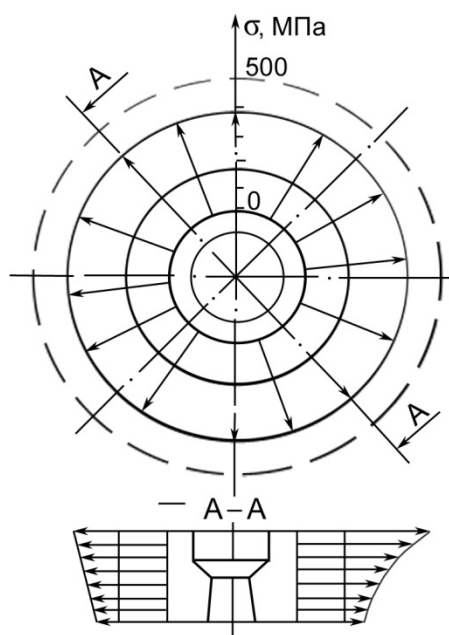


Рис. 4. Распределение контактных механических напряжений в однобандажном инструменте

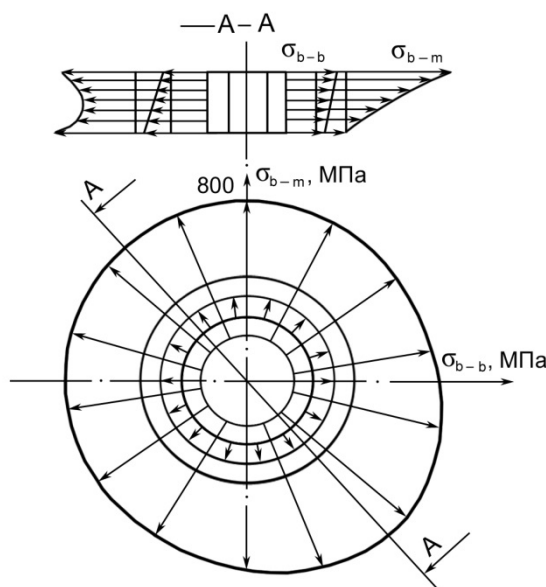


Рис. 5. Распределение контактных механических напряжений в двухбандажном инструменте: σ_{b-b} – для распределения напряжений на границах бандаж–бандаж, σ_{b-m} – для распределения напряжений на границах бандаж–матрица

4. Заключение

Разработанная методика и аппаратура защищены патентами и внедрены на специализированных заводах в Болгарии, России и Венгрии. Ультразвуковая аппаратура была отмечена золотой медалью на ярмарке в Лейпциге.

Литература

1. Кортенски Х., Маринов М., Миховски М., Пушев Г., Манолова В. Метод для определения контактного напряжения в бандажированных инструментах: а.с. 26905. № МПК 601 N29/04.
2. Маринов М., Петканчин Л., Пушев Г., Костов Г., Миховски М., Манолова В., Устройство для определения контактных напряжений в бандажированных инструментах: а.с. 37491 МПК 601 N29/04.
3. Трение, изнашивание и смазка: Справочник. В 2 кн. / Под ред. И. В. Крагельского, В. В. Алисина. – М.: Машиностроение, 1978 – 1979.
4. Демкин Н. Б. Контактное взаимодействие шероховатых поверхностей. – М.: Наука, 1970. – 226 с.
5. Миховски М. Исследование возможности неразрушающего контроля порошковых металлургических материалов на основе железа: дис. канд. техн. наук. – Таганрог: ТРТИ, Таганрог, 1973.
6. Бреховских Л. М. Волны в слоистых средах. – М.: АН СССР, 1957. – 343 с.

MODELLING OF COMPACTION OF TITANIUM COMPOSITE POWDERS

D. I. Kryuchkov^{1*}, A. G. Zalazinsky¹, I. M. Berezin¹, O. V. Romanova²

¹ *Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation*

² *Institute of Metallurgy, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 101 Amudsen st., 101 Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: kru4koff@bk.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 374-50-51; fax: +7 (343) 374-53-30

The quality of finished products is determined at the stage of compaction. High-pressure cold compaction sometimes fails to provide the coalescence of VT-22 high-strength titanium alloy powder particles. Particle coalescence is governed by mechanical characteristics, the spherical particle shape and hard oxide on the particles of the VT-22 powder. This results in the low strength workpieces. To ensure the strength of a compact, powder additives with more plastic properties are used. Simulation is applied to find an optimum additional powder and its volume. The process of compaction is simulated with the use of a representative volume element for a composite made of the VT-22 and PTM-1 powders. The forming and coalescence of particles are represented in uniform triaxial and uniaxial compression. It is shown that the increase in the percentage of VT-22 to more than 50 % in the mixture prevents the uniform spreading of the more ductile component PTM-1. The parameters of the modified Drucker-Prager Cap model are identified for 50/50 and 75/25 VT-22 and PTM-1 powder composites. Compaction in a closed container is simulated. Problems are solved with the application of program packages developed for Abaqus. Experiments on compacting and breaking workpieces made of the pure powders and their two mixtures are made to validate the adequacy of the solution results.

Keywords: powder, titanium, compaction, simulation, coalescence of powder particles.

References

1. Froes F.H., Smugersky J.E. Powder metallurgy of titanium alloys. The metallurgical society of AIME Publ., 1980. 263 p.
2. Froes F.H., Eylon D., Bomberger H.B. Powder metallurgy of titanium alloys – a review. Titanium Technology: Present Status and Future Trends, 1985, pp. 49–59.
3. Abkowitz S., Abkowitz S.M., Weihrauch P.F., Wells M.G. Low cost PM manufacture of titanium alloy components for fatigue critical application. *Proc. The Third International Conference on Powder Metallurgy in Aerospace, Defense, and Demanding Applications*, Princeton, NJ, 1993, pp. 241.
4. Moxson V.S., Senkov O.N., Froes F.H. Production and applications of low cost titanium powder products. *The International Journal of Powder Metallurgy*, 1998, vol. 34 (5), pp. 45–53.
5. Kari S., Berger H., Rodriguez-Ramos R., Gabbert U. Computational evaluation of effective material properties of composites reinforced by randomly distributed spherical particles. *Composite Structures*, 2007, vol. 77, pp. 223–231.
6. Mesarovic S.D. Micromechanical modelling of the compaction of low density composite powders. *Metalurgija – Journal of Metallurgy*, 2005, vol. 11(1), pp. 1–21.
7. Sridhar I., Fleck N.A. Yield behaviour of cold compacted composite powders. *Acta materialia*, 2000, vol. 48, pp. 3341–3352.
8. Kryuchkov D.I., Zalazinsky A.G. Hybrid modelling complex for optimization processes of extrusion of non-uniform materials. *Vestnik komp'yuternykh i informacionnykh tehnologij*, 2013, no. 9, pp. 22–28. (In Russian).

9. Leon L., Mishnaevsky Jr. Automatic voxel-based generation of 3D microstructural FE models and its application to the damage analysis of composites. *Materials Science and Engineering*, 2005, vol. 407, pp. 11–23.
10. Shen H., Brinson L.C. Finite element modeling of porous titanium. *International Journal of Solids and Structures*, 2007, vol. 44, pp. 320–335.
11. Kushch V.I., Podoba Ya.O., Shtern M.B. Effect of micro-structure on yield strength of porous solid: A comparative study of two simple cell models. *Computational Materials Science*, 2008, vol. 42, pp. 113–121.
12. Ogbonna N., Fleck N.A. Compaction of an array of spherical particles. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, vol. 43, pp. 603–620.
13. Berezin I.M., Zalazinskiy A.G. Identification of the determinative correlations of plastically compressed materials. *Fundamentalnye issledovaniya*, 2013, no. 8, pp. 19–23. (In Russian).
14. Johnson G.R., Cook W.H. Fracture Characteristics of Three Metals Subjected to Various Strains, Strain Rates, Temperatures and Pressures. *Eng. Fract. Mech*, 1985, vol. 21, pp. 31–48.
15. Bogatov A.A. *Mekhanicheskie svoistva i modeli razrusheniya metallov* [Mechanical properties and models of fracture of metals]. Ekaterinburg, GOU VPO UGTU-UPI Publ., 2002, 329 p. (In Russian).
16. Semenov A.P. *Skhvatyvanie metallov* [Adhesion of metals]. Moscow, Mashgiz Publ., 1958, 280 p. (In Russian).
17. Kolmogorov V.L. *Mekhanika obrabotki metallov davleniem* [Mechanics of metal forming]. Ekaterinburg, UGTU-UPI Publ., 2001, 836 p. (In Russian).
18. Kolmykov V.L., Glazunova M.Ju., Zalazinsky A.G. Drawing a thin wire made of titanium for suture materials. *Izvestiya VUZov. Cvetnaya metallurgiya*, 2002, no. 3, pp. 66–69. (In Russian).
19. Kolmykov V.L., Zalazinsky A.G. Deposition of oxide coatings for wire drawing of difficult-to-deform materials. *Uprochnyajushhie tehnologii i pokrytija*, 2007, no. 6, pp. 15–18. (In Russian).

УДК 539.3+621.7

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ КОМПАКТИРОВАНИЯ ТИТАНОВЫХ КОМПОЗИТОВ ИЗ ПОРОШКООБРАЗНОГО СЫРЬЯ

Д. И. Крючков^{1*}, А. Г. Залазинский¹, И. М. Березин¹, О. В. Романова²
¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

² Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии Уральского отделения РАН, ул. Амудсена, 101, Екатеринбург, Российская Федерация

* Ответственный автор. Электронная почта: kru4koff@bk.ru; адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация. Телефон: +7 (343) 374-50-51; факс: +7 (343) 374-53-30

Предложена модель композитного материала. Выполнено имитационное моделирование процесса компактирования порошкового композита состоящего из частиц титанового сплава ВТ-22 и титана марки ПТМ-1 с использованием ячейки представительного объема. Решены задачи дающие представления о формоизменении частиц и уплотнении при равномерном всестороннем и одноосном сжатии. Определены параметры модели текучести Друкера–Прагера для описания свойств порошкового композита, и с ее использованием решена задача компактирования в закрытой пресс-форме. Дается оценка “сырой” прочности брикета и описание механизма схватывания частиц при моделировании деформации ячейки представительного объема композитного материала. Для решения задач разработаны модули для гибридного моделирующего комплекса. Адекватность расчетов подтверждена проведенными экспериментами по компактированию и осадке брикетов чистых порошков и их смеси в двух соотношениях.

Ключевые слова: порошок, титан, компактирование, моделирование, схватывание частиц.

1. Введение

Порошковая металлургия является одним из экономичных методов при производстве изделий из титана и титановых сплавов для аэрокосмической и автомобильной промышленности [1]. Компактирование механической смеси порошков – один из способов получения изделий из титана, сочетающий экономичность и удовлетворительные для многих областей применения механические свойства готового изделия [2–4]. Качество готовых изделий во многом определяется на стадии компактирования, при этом прочность прессовок определяется способностью частиц схватываться между собой, это в свою очередь зависит от механических характеристик материала частиц, формы и состояния поверхности частиц порошка. При холодном компактировании порошков из высокопрочных сплавов титана с правильной сферической формой частиц даже при достаточно высоком давлении не всегда обеспечивается схватываемость частиц между собой. Получаемые компакты имеют невысокую сырую прочность и разрушение по границам частиц порошка. Повышение прочности компакта достигается созданием композита с использованием в качестве добавки более пластичного материала [5–7]. Использование дорогостоящих добавок может значительно повысить механические характеристики готового изделия, однако требуется подбор оптимального процентного содержания с точки зрения его экономической обоснованности. Для определения оптимального добавочного материала и его объемного содержания необходимо проводить достаточно большое количество экспериментов. При этом не всегда удастся опробовать все материалы, которые могут использоваться в качестве добавок. Сократить количество экспериментов возможно с применением современных средств компьютерного моделирования. Моделирование процессов деформирования композитных материалов позволяет предсказывать

механические свойства изделий до фактического производства и испытания, что снижает общую стоимость и время производственного цикла.

Для проектирования и анализа структуры композитных материалов и композиционных деталей в настоящее время создаются программные системы, предназначенные для компьютерного моделирования и инженерного анализа конструкций из композитов. Такие системы основаны на современных программах конечно-элементного анализа или являются дополнениями к ним. Современные системы инженерного анализа включают возможность создавать программные интерфейсы (модули) для параметрического решения определенной задачи. Набор программных интерфейсов, соответствующих определенным инженерным задачам, решаемых с помощью САЕ-пакета, освобождает конечного пользователя от прохождения всего технологического цикла работы с САЕ-пакетом, что существенно экономит время. Для инженерного анализа и оптимизации процессов пластического деформирования неоднородных материалов разработан ряд модулей для системы инженерного анализа Abaqus, объединенный оболочкой, – гибридный моделирующий комплекс [8].

Для решения задач механики деформирования уплотняемых материалов в САЕ-системах доступны несколько моделей текучести. Однако при моделировании возникает ряд проблем, одна из которых связана с выбором реологических моделей и их идентификацией. Сложность описания реологических характеристик композитного материала еще выше и связана с тем, что частицы композита обладают различными механическими свойствами, формой и состоянием поверхности. Немаловажным аспектом является и прогноз прочностных свойств брикета после компактирования, здесь важную роль играют вопросы схватывания между частицами.

Цель данной работы – проверка применимости модели ячейки представительного объема с регулярной структурой для моделирования процесса компактирования композитного материала, в частности композита на основе порошка сплава титана ВТ-22 с различным процентным содержанием компонентов механической смеси. Данная модель отображает процесс уплотнения при равностороннем равномерном и одноосном сжатии. Для прогнозирования прочностных характеристик определяются основные закономерности и условия деформирования, необходимые для схватывания частиц между собой. Для достижения поставленной цели решены следующие задачи:

1. Построена модель представительной ячейки порошкового композита с регулярной формой для различного содержания компонентов механической смеси.
2. Осуществлено моделирование всестороннего равномерного и одноосного сжатия модели ячейки.
3. Проведены эксперименты по компактированию механической смеси с различным процентным содержанием порошков ВТ-22 и ПТМ-1.
4. С учетом экспериментальных данных определены основные факторы, определяющие схватывание частиц между собой в процессе пластического деформирования.
5. Определены параметры модели порошкового материала и осуществлено моделирование процесса компактирования.

2. Материал и методика

Сплав ВТ-22 относится к сильнолегированным высокопрочным сплавам. Частицы порошка, полученного из сплава ВТ-22 распылением плазмой, имеют форму, близкую к сферической (рис. 1 *а*), и гладкую поверхность с окисной пленкой в поверхностном слое. Порошок из сплава ВТ-22 не позволяет получать прессовки даже при сравнительно высоких давлениях компактирования.

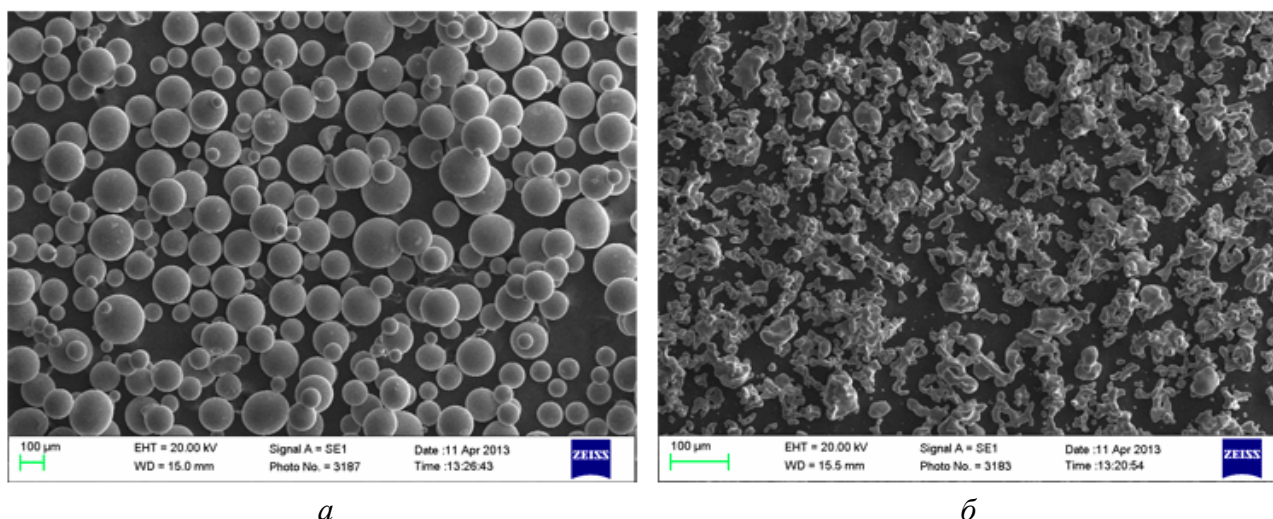


Рис. 1. Морфология частиц сплава титана VT-22 (а) и титана марки ПТМ-1 (б)

Особенность морфологии порошка VT-22 для обеспечения прессуемости требует внедрения в качестве добавок порошков с развитой поверхностью и более мягкими пластическими свойствами, которые должны способствовать схватыванию частиц. В качестве добавки выбран титан, полученный гидридно-кальциевым способом, – ПТМ-1, который относится к восстановленным порошкам титана и сплавов, имеющих неправильную (иррегулярную) форму (рис. 1 б) и развитую поверхность частиц, благодаря чему порошки отлично формуруются при сравнительно низких давлениях компактирования.

Применение ячеек представительного объема [9–11] для идентификации реологических моделей порошкового тела описано в работах [12–13], однако данные модели применялись для монопорошков. Композиты являются гетерогенными средами, имеющими более сложную структуру и сложное поведение при пластическом деформировании, и соответственно требуется предложить новую модель ячейки. Для исследования процессов уплотнения и схватывания частиц между собой предложена модель ячейки представительного объема композита (рис. 2 а). Для упрощения, несмотря на иррегулярную форму частиц порошка ПТМ-1, в модели используется правильная сферическая форма, как и у частиц VT-22. Модель построена для частиц диаметром 100 мкм, так как физические эксперименты проводили на порошках ПТМ-1 и VT-22 фракции 100. Полученная ячейка имеет размер 100x100x100 мкм и состоит из 8 частей: 1/8 каждой из частиц, по 4 частицы из материалов VT-22 и ПТМ-1 для моделирования состава VT-22(50%)+ПТМ-1(50%) (рис. 2 б), и 6 частиц VT-22 и 2 частицы ПТМ-1 для моделирования состава VT-22(75%)+ПТМ-1(25%) (рис. 2 в). В качестве идеализации принимается симметричное расположение частиц.

Начальная относительная плотность ячейки составляет $\rho_{\text{отн}}=0,524$. В случае равномерного одноосного сжатия ячейка равномерно сжимается абсолютно жесткими поверхностями до определенного перемещения с трех сторон с постоянной скоростью, остальные 3 стороны ограничены в перемещении. При одноосном сжатии ячейка сжимается с одной стороны, 5 сторон ограничены в перемещении. При этом имитируется воздействие окружающих ячейку соседних частиц при компактировании. Силы трения между площадками контакта ячейки и вспомогательными поверхностями не учитывались. Трение между частицами задавалось по закону Кулона.

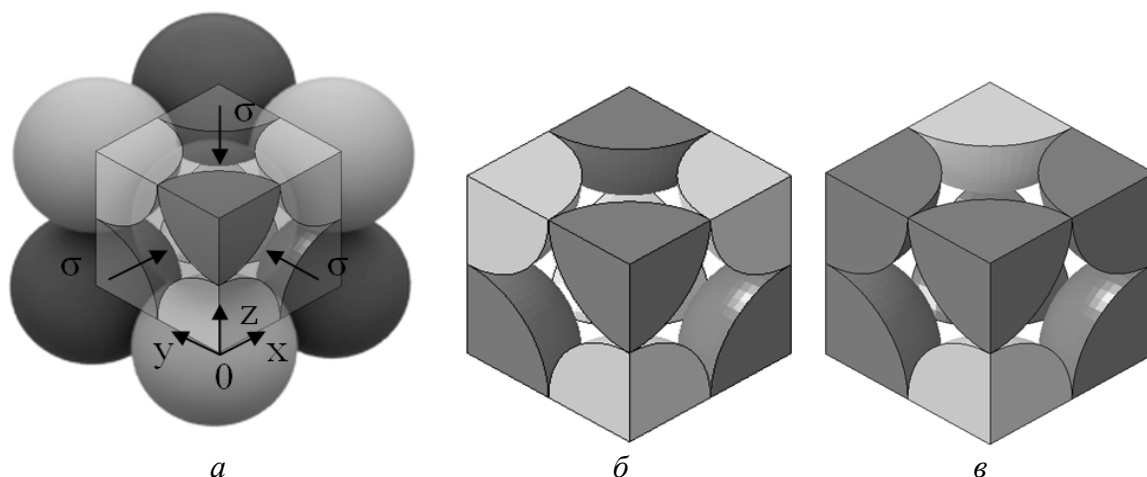


Рис. 2. Модель ячейки представительного объема для композита (а) с содержанием VT-22(50%) + ПТМ-1(50%) (б) с содержанием VT-22(75%) + ПТМ-1(25%) (в)

При имитационном моделировании за счёт изменения объёма пор варьируется относительная плотность в интервале 0,524...0,995. Относительная плотность рассчитывается через перемещение грани ячейки u по формулам:

– в случае равностороннего сжатия

$$\rho_{\text{отн}} = \frac{\pi}{6} \frac{R_0^3}{\left(R_0 - \frac{u}{2}\right)^3}, \quad (1)$$

– в случае одноосного сжатия

$$\rho_{\text{отн}} = \frac{\pi}{6} \frac{R_0}{\left(R_0 - \frac{u}{2}\right)}, \quad (2)$$

где R_0 – начальный радиус частиц, u – перемещение грани ячейки.

Материал частиц композита обладает упруго-пластическими свойствами. Механические свойства частиц задаются с использованием модели Джонсона-Кука [14]. Параметры модели материала определены по кривым течения из литературы [15] и с использованием подпрограммы гибридного моделирующего комплекса.

Для решения задач уплотнения, прогнозирования прочности и идентификации модели текучести композитного материала с использованием модели ячейки представительного объема разработан программный модуль для системы конечно-элементного анализа Abaqus, входящего в гибридный моделирующий комплекс.

Для описания реологического течения порошковой массы использована модифицированная модель текучести Друкера-Прагера. Использование модели текучести позволяет моделировать компактирование изделий сложной формы, определять напряженное состояние в каждой точке деформируемой заготовки, характер и картину течения материала, рассчитывать оптимальные технологические усилия. Идентификация условия текучести производилась на основе построения лемнискаты по характерным точкам, полученным посредством имитационного моделирования деформации ячейки представительного объема. Для идентификации параметров в работе использовалась методика [13]. Для определения характерных точек и описания свойств порошкового материала с использованием модифицированной мо-

дели текучести Друкера-Прагера требуется смоделировать деформации ячейки при равномерном всестороннем и одноосном сжатии.

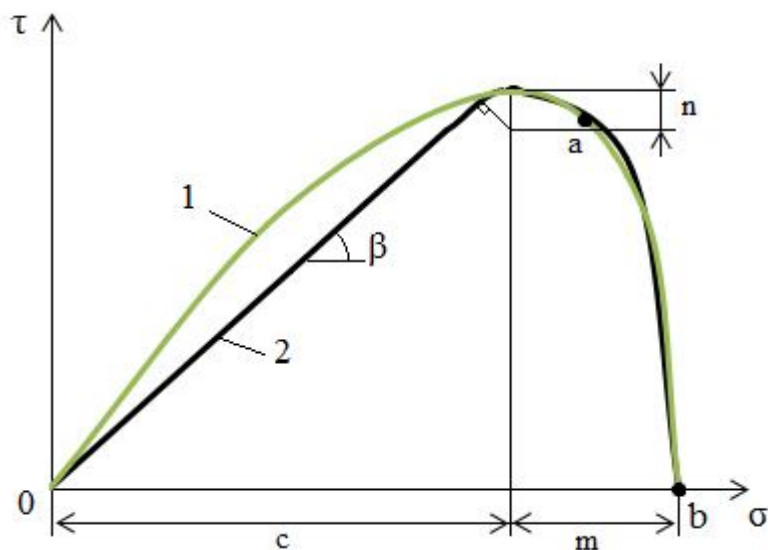


Рис. 3. Геометрическая интерпретация DPC модели в плоскости $\sigma - \tau$ порошкового материала

На рис. 3 представлена геометрическая интерпретация в плоскости $\sigma - \tau$ (σ – среднее нормальное напряжение, τ – интенсивность напряжений сдвига). Точки, полученные в ходе имитационного моделирования деформации ячейки представительного объема, соответствуют напряженному состоянию: a – одноосного сжатия, b – всестороннего равномерного сжатия. По трем точкам, включая начало координат строится лемниската Бернулли. Лемниската 1 используется в качестве модели аппроксимирующей кривую текучести Друкера-Прагера 2, с точностью приемлемой для инженерных расчетов. На рис. 3 отражена отличительная особенность порошковых материалов в сравнении с пористыми материалами – равенство нулю предела текучести на всестороннее растяжение.

3. Результаты и обсуждение

3.1 Имитационное моделирование процесса деформирования ячейки композита

На рис.4 представлены ячейки после деформации при равномерном всестороннем и одноосном сжатии. Одноосное сжатие ячейки отражает состояние частиц при компактировании в жесткой матрице. По результатам моделирования для описания свойств порошкового материала с использованием модифицированной модели текучести Друкера-Прагера определены коэффициенты для материала композитов ВТ-22+ПТМ-1 с соотношениями 50/50 и 75/25. Полученные коэффициенты приведены в табл. 1. Относительная плотность идеализированного материала варьировалась в интервале $0,6 < \rho_{\text{отн}} < 0,9$.

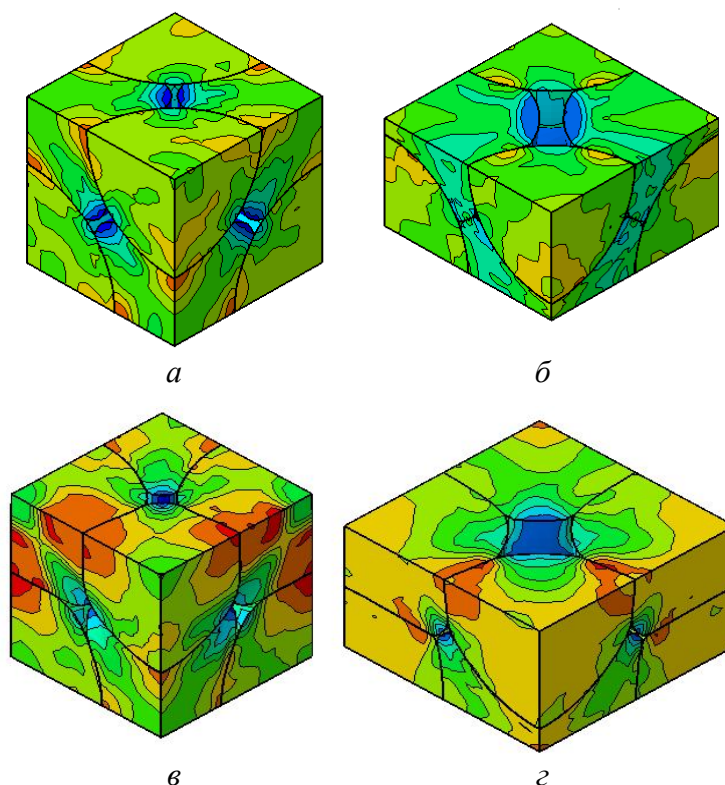


Рис. 4. Распределение среднего нормального напряжения при всестороннем равномерном (а и в) одноосном (б и г) сжатии для композита с процентным содержанием ВТ-22 50% (а и б) и 75% (в и г)

3.2 Моделирование процесса компактирования

Указанные в табл. 1 параметры модели текучести использовали для задания свойств материалов при моделировании компактирования смесей 50/50 и 75/25 ВТ-22+ПТМ-1 в закрытой пресс-форме. Задача решалась в цилиндрической системе координат r, φ, z . Процесс рассматривался в осесимметричной постановке. Использована равномерная сетка четырехугольных конечных элементов.

Таблица 1 – Параметры поверхностей текучести Друкера-Прагера

Порошок ВТ-22+ПТМ-1, %	Относительная плотность $\rho_{\text{отн}}$	c	m	$\text{tg } \beta$	n
50/50	0,9	371	166	0,36	1,79
	0,6	76	83	1,02	0,69
75/25	0,9	388	176	0,38	1,93
	0,6	82	91	1,07	0,75

На рис. 5 показано осевое сечение цилиндрического брикета из композита с двумя составами. Для состава 50% ВТ-22 + 50% ПТМ-1 среднее значение относительной плотности составляет 0,8, а для состава 75% ВТ-22 + 25% ПТМ-1 0,75. В горизонтальном направлении, в слое, прилегающем к деформирующему инструменту, плотность растет от центра к периферии, тогда как в слое находящемся на дне контейнера, наоборот – плотность растет от пе-

риферии к центру. Неоднородное распределение плотности по объему брикета обусловлено затратой усилия прессования на преодоление внешнего трения прессуемой массы о контактирующие с ней поверхности элементов пресс-формы. По результатам моделирования построена зависимость средней относительной плотности от давления прессования (рис. 8).

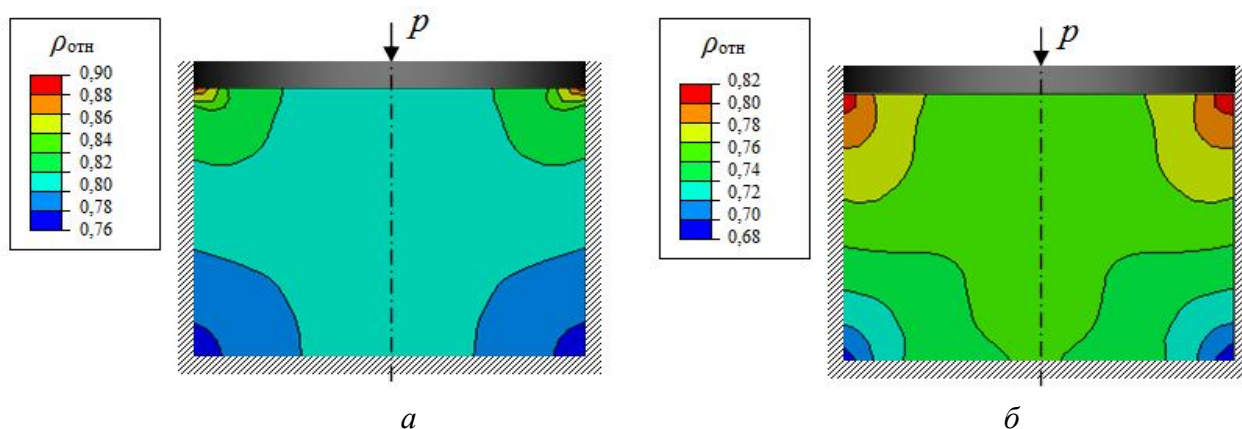


Рис. 5. Распределение относительной плотности в осевом сечении цилиндрического брикета из композита: *а* – 50% ВТ-22 + 50% ПТМ-1, *б* – 75% ВТ-22 + 25% ПТМ-1

3.3 Оценка прочности брикета

Для осуществления холодной сварки металлов (схватывания), покрытых окисными или другими пленками, необходимо их разрушить и сблизить ювенильные поверхности на расстояние межатомных сил [16]. Один из возможных способов разрушения пленок – растекание поверхностей при пластической деформации. От величины деформации, предшествующей разрушению окисных пленок и последующей за ним, зависит площадь ювенильных поверхностей, а следовательно и прочность полученного соединения, определяющая качество готового изделия.

Для физического представления процесса схватывания будем считать, что каждый слой металла на своей поверхности имеет окисную пленку. Таким образом, происходит совместное деформирование слоев металлов с окисными пленками. Окисные пленки, которые подвергаются пластической деформации, обладают определенным запасом пластичности. Предполагается, что феноменологическая модель разрушения [17] справедлива и для окисной пленки. Диаграмма пластичности окисной пленки при этом зависит не только от безразмерных инвариантов тензора напряжений σ/T и μ_σ , но и от толщины пленки, при этом пленка настолько тонка, что ее напряженно-деформированное состояние совпадает с таковым прилегающего металла. После того как заканчивается ресурс пластичности и значение поврежденности пленки достигает 1, окисная пленка охрупчивается, появляются макротрещины и обнажаются лежащие под слоем окисной пленки ювенильные поверхности металла.

Для того чтобы оценить прочность брикета, необходимо определить степень пластической деформации в слое оксидной пленки для каждой из частиц. При решении задачи будем считать, что толщина оксидной пленки сопоставима и равна размеру одного конечного элемента. При исчерпании ресурса пластичности оксидной пленки на одной из контактируемых частиц происходит схватывание между ними. Степень деформации, требуемую для разрушения оксидной пленки, определили при имитационном моделировании сжатия ячейки из частиц одного материала и сравнении с экспериментальными данными [18,19].

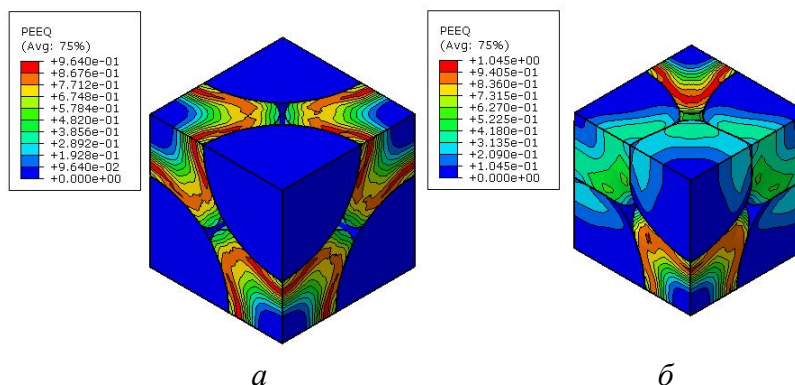


Рис. 6. Степень пластической деформации ячейки композита: *a* – 50% VT-22 + 50% ПТМ-1, *б* – 75% VT-22 + 25% ПТМ-1

Имитационное моделирование показывает (см. рис. 6), что при деформации ячейки происходит равномерное растекание частиц ПТМ-1 вокруг частиц VT-22. Несмотря на отсутствие пластической деформации в частицах VT-22 степень пластической деформации частиц ПТМ-1 достаточна для разрушения окисной пленки и схватывания частиц между собой. При сжатии ячейки смеси 75/25 частицы ПТМ-1 обтекают только соседствующие с ними частицы. В области контакта частиц VT-22 между собой деформация недостаточна для разрушения окисной пленки, что не может способствовать образованию достаточного количества ювенильных поверхностей. Прилипание частиц в таких местах может отсутствовать.

3.4 Экспериментальное исследование

Для сравнения результатов имитационного моделирования провели серию экспериментов по компактированию композита VT-22+ПТМ-1 с процентным содержанием в смеси 50/50 и 75/25. Качество брикетов после компактирования удовлетворительное, при этом в ряде случаев для образцов с содержанием VT-22 75% наблюдалось осыпание нижней кромки. Компактирование брикетов проводили на гидравлическом прессе в закрытой разборной пресс-оснастке (рис. 7). При этом фиксировали усилие, действующее на пуансон, и перемещение пуансона. По усилию, действующему на пуансон, рассчитали давление. Зависимость относительной плотности от давления компактирования представлена на рис. 8. Как видно из графика, результаты моделирования, как при деформировании ячейки, так и использовании модели текучести, хорошо согласуются с экспериментальными данными. Отклонение значений, полученных при моделировании, от значений, полученных экспериментально, не превышает 5 %. Это доказывает возможность применения модели ячейки представительного объема для адекватного расчета при решении задачи компактирования в жесткой матрице и прогнозирования прочности изделий из композитного материала, а также идентификации модели текучести для решения задачи компактирования изделий сложной формы.

Для определения “сырой” прочности спрессованных, но не спеченных брикетов провели серию испытаний. Давление компактирования брикетов, подготовленных для испытаний, 1000 МПа. Прочность брикетов оценивали по результатам опытов на осевое сжатие (осадку) на универсальной испытательной машине. В момент начала разрушения заготовки фиксировали усилие и определяли предел “сырой” прочности на сжатие при текущей плотности σ_p . В результате экспериментов получены брикеты с относительной плотностью и пределом прочности на сжатие, указанными в табл. 2. Приведены составы смесей и чистых порошков, из которых получили брикеты. Брикеты из чистого VT-22 после компактирования рассыпались. В отличие от VT-22 порошок ПТМ-1 отлично прессуется, полученные брикеты имели плотность, близкую к теоретической, и относительно высокую “сырую” прочность.

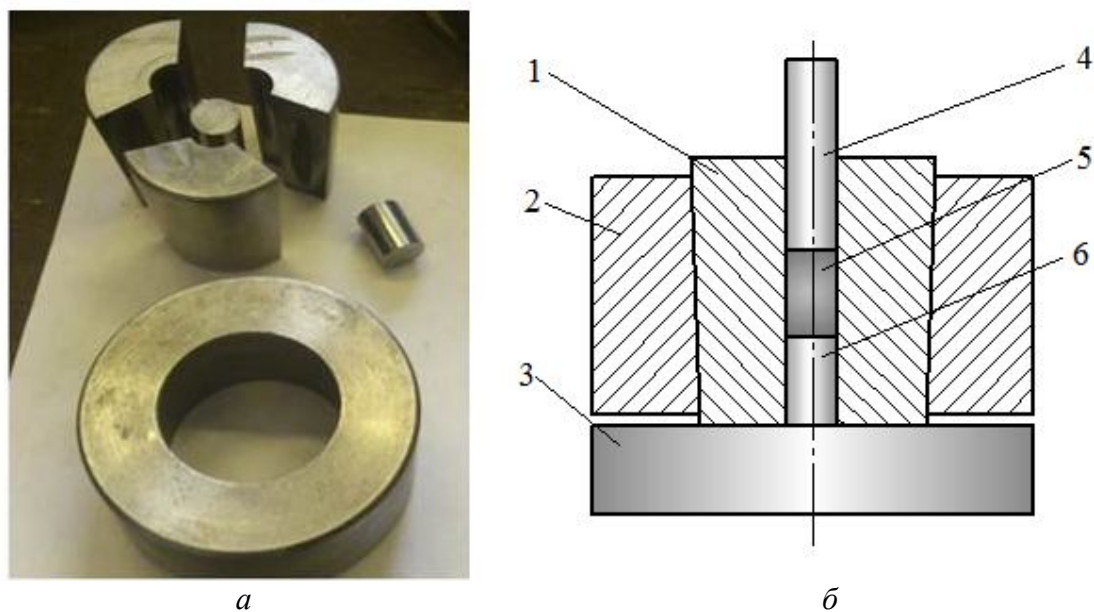


Рис. 7. Общий вид (а) и схема (б) пресс-оснастки для брикетирования металлических порошков. 1 – контейнер, 2 – корпус, 3 – плита, 4 – пуансон, 5 – порошок, 6 – заглушка

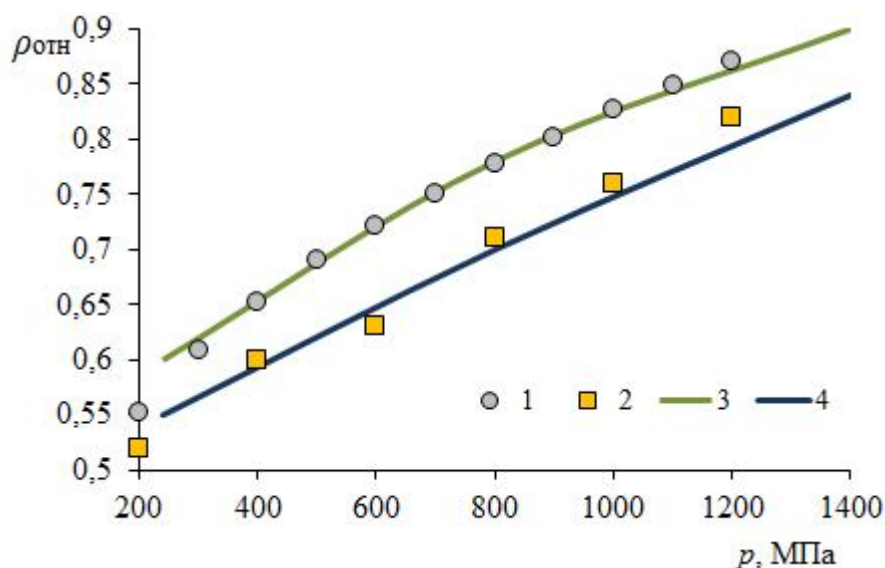


Рис.8. Зависимость относительной плотности брикетов $\rho_{отн}$ от давления p для состава ВТ-22(50%)+ПТМ-1(50%): 1 – эксперимент, 3 – моделирование компактирования; для состава ВТ-22(75%)+ПТМ-1(25%): 2 – эксперимент, 4 – моделирование компактирования

Таблица 2 – Относительная плотность и предел “сырой” прочности на сжатие

№	Состав, мас.%		$\rho_{отн}$	σ_p , МПа
	ВТ-22	ПТМ-1		
1	50	50	0,81	2,83
2	75	25	0,76	0,47
3	100	-	-	-
4	-	100	0,986	7,54

Полученные брикеты из смеси 50/50, в отличие от смеси 75/25, имели немного выше относительную плотность и более высокий предел прочности. Разница между относительной плотностью и прочностью брикетов двух смесей объясняется с помощью имитационного моде-

лирования. В смеси 50/50 твердые частицы ВТ-22 не деформируются и следовательно требуется меньшее усилие для достижения равной относительной плотности. Так как образцы компактировались при одинаковом усилии, брикеты из смеси 50/50 получились с большей относительной плотностью. В составе 75/25 частицы ВТ-22 деформируются, но не сцепляются между собой, что, по-видимому, обусловлено правильной формой частиц и наличием оксидной пленки с высоким ресурсом пластичности на поверхности частиц.

4. Заключение

Выполнено имитационное моделирование процесса компактирования порошкового композита, состоящего из частиц титанового сплава ВТ-22 и титана марки ПТМ-1 с использованием ячейки представительного объема. Решены задачи, дающие представления о формоизменении частиц и уплотнении при равномерном всестороннем и одноосном сжатии. Задачи решены с использованием разработанного модуля для гибридного моделирующего комплекса, построенного на базе системы инженерного анализа Abaqus. Показано, что увеличение процентного содержания ВТ-22 более 50% в смеси не обеспечивает равномерного растекания более пластичной компоненты в виде порошка ПТМ-1. Механические характеристики и сферическая форма частиц порошка ВТ-22, а также твердая оксидная пленка на поверхности частиц с большим ресурсом пластичности препятствует схватыванию частиц между собой. Это приводит к ухудшению качества и уменьшению прочности не спеченного изделия. Результаты моделирования деформирования ячейки представительного объема позволили идентифицировать параметры модели текучести Друкера-Прагера для порошкового композита смеси ВТ-22 и ПТМ-1 с соотношением 50/50 и 75/25. С использованием полученных коэффициентов модели текучести решены задачи компактирования в закрытой пресс-форме. Для подтверждения адекватности решений, полученных с помощью имитационного моделирования, представлены результаты экспериментов по компактированию и осадке брикетов чистых порошков и их смеси в двух соотношениях. Полученное решение отражает возможность использования модели ячейки представительного объема для прогнозирования прочности и идентификации модели текучести композитного материала.

Литература

1. Froes F. H., Smugersky J. E. Powder metallurgy of titanium alloys. – The metallurgical society of AIME Publ., 1980. – 263 p.
2. Froes F. H., Eylon D., Bomberger H. B. Powder metallurgy of titanium alloys – a review // *Titanium Technology: Present Status and Future Trends*. – 1985. – P. 49–59.
3. Abkowitz S., Abkowitz S.M., Weihrauch P.F., Wells M.G. Low cost PM manufacture of titanium alloy components for fatigue critical application. *Proc. The Third International Conference on Powder Metallurgy in Aerospace, Defense, and Demanding Applications*, Princeton, NJ, 1993, pp. 241.
4. Moxson V. S., Senkov O. N., Froes F. H. Production and applications of low cost titanium powder products // *The International Journal of Powder Metallurgy*. – 1998. – Vol. 34 (5). – P. 45–53.
5. Kari S. Computational evaluation of effective material properties of composites reinforced by randomly distributed spherical particles // *Composite Structures*. – 2007. – Vol. 77. – P. 223–231.
6. Mesarovic S. D. Micromechanical modelling of the compaction of low density composite powders // *Metalurgija – Journal of Metallurgy*. – 2005. – Vol. 11 (1). – P. 1–21.
7. Sridhar I., Fleck N. A. Yield behaviour of cold compacted composite powders // *Acta materialia*. – 2000. – Vol. 48. – P. 3341–3352.
8. Крючков Д. И., Залазинский А. Г. Гибридный моделирующий комплекс для оптимизации процессов прессования неоднородных материалов // *Вестник компьютерных и информационных технологий*. – 2013. – № 9. – С. 22–28.

9. Leon L., Mishnaevsky Jr. Automatic voxel-based generation of 3D microstructural FE models and its application to the damage analysis of composites // *Materials Science and Engineering*. – 2005. – Vol. 407. – P. 11–23.
10. Shen H., Brinson L. C. Finite element modeling of porous titanium // *International Journal of Solids and Structures*. – 2007. – Vol. 44. – P. 320–335.
11. Kushch V. I., Podoba Ya. O., Shtern M. B. Effect of micro-structure on yield strength of porous solid: A comparative study of two simple cell models // *Computational Materials Science*. – 2008. – Vol. 42. – P. 113–121.
12. Ogbonna N., Fleck N. A. Compaction of an array of spherical particles // *Acta Metallurgica et Materialia*. – 1995. – Vol. 43. – P. 603–620.
13. Березин И. М., Залазинский А. Г. Определение условий пластического течения некомпактных материалов // *Фундаментальные исследования*. – 2013. – № 8. Ч. 1. – С. 19–23.
14. Johnson G. R., Cook W. H. Fracture Characteristics of Three Metals Subjected to Various Strains, Strain Rates, Temperatures and Pressures // *Eng. Fract. Mech.* – 1985. – Vol. 21. – P. 31–48.
15. Богатов А. А. Механические свойства и модели разрушения металлов. – Екатеринбург: ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2002. – 329 с.
16. Семенов А. П. Схватывание металлов. – М.: Машгиз, 1958. – 280 с.
17. Колмогоров В. Л. Механика обработки металлов давлением. – Екатеринбург: УГТУ-УПИ, 2001. – 836 с.
18. Колмыков В. Л., Глазунова М. Ю., Залазинский А. Г. Волочение тонкой проволоки из титана для шовных материалов // *Известия ВУЗов. Цветная металлургия*. – 2002. – № 3. – С. 66–69.
19. Колмыков В. Л., Залазинский А. Г. Нанесение оксидных покрытий для волочения проволоки из труднодеформируемых материалов // *Упрочняющие технологии и покрытия*. – 2007. – № 6. – С. 15–18.

MODELLING AND SIMULATION OF STRAIN RESISTANCE OF ALLOYS TAKING INTO ACCOUNT BARRIER EFFECTS

A. S. Smirnov^{1*}, A. V. Konovalov¹, O. Yu. Muizemnek¹

¹ *Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: smirnov@imach.uran.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 375-35-89; fax: +7 (343) 374-53-30

The paper proposes a model of strain resistance of alloy under high-temperature deformation. The model describes hardening of alloy due to the increase of dislocation density, as well as the barrier effect of blocking free dislocations, boundaries of grains and subgrains by dispersoids. The model also takes into account the softening processes associated with the recovery and dynamic recrystallization. The model has been tested on the rheological behavior of an Al-Mg alloy named AMg6 at temperatures of 400 and 500 °C in the range of strain rates from 5 to 25 s⁻¹. It was found in this temperature – strain rate range that the curve of strain resistance of the AMg6 alloy consists of several portions. First there is hardening of the material, then there is material softening, which is again replaced by hardening of the material. With the use of the electron backscatter diffraction technique and transmission electron microscopy, it was found that the main process of softening at investigated temperatures is dynamic recrystallization. The appearance of the second portion of hardening on the strain resistance curve is the inhibition of dynamic recrystallization, as well as manifestation of the barrier effect of blocking free dislocations, grain and subgrain boundaries by dispersoids.

Keywords: Al-Mg alloy, AMg6, strain resistance model, strain resistance, rheology, high temperature deformation, recrystallization, microstructure, dispersoids, barrier effect.

1. Introduction

Processes associated with material hardening and softening occur in metal materials under deformation at high temperatures. Depending on temperature – strain rate conditions of deformation, dynamic recovery, polygonization or recrystallization may prevail in a material, or these processes can take place simultaneously in different or equal portions [1–3]. The main mechanism of hardening in alloys is the process associated with an increase in the dislocation density and impeding the motion of free dislocations. The softening process can be inhibited due to the barrier effect connected with blocking free dislocation motion by impurity atoms and inclusions and with the growth of grains and subgrains by pinning on various inclusions [4]. The barrier effect of free dislocation blocking is usually associated with the Portevin–Le Chatelier and Savart–Masson effects and the inverse relation between strain resistance and strain rate [5–13]. The inhibition or blocking of grain and subgrain boundaries on inclusions generally occurs in metal matrix composites and high alloys [7, 11, 12, 14–24].

The physical processes of hardening and softening occurring under deformation change the form of the strain resistance curve and affect the final physical-mechanical properties of alloys [2, 25]. For example, the impeded growth of grains under deformation results in the prevalence of a certain grain orientation over the others thus improving the mechanical properties of products in this direction, and this may have a positive effect in the designing of crucial products. The barrier effect of dislocations blocked by inclusions or impurity atoms, as a rule, has a negative influence on the final technological properties, such as lower corrosion-resistance, strength and fatigue strength [13, 26–28]. Since the processes of structure formation affect the strain resistance curve, a mathematical model of strain resistance should include components describing the physical processes of hardening and softening. A large number of models have already been proposed in the literature,

which take into consideration separately the influence of discontinuous dynamic recrystallization [29–37], *in-situ* recrystallization [38–41] or the Portevin–Le Chatelier effect [5–7] on strain resistance. However, in the literature we have not found any models of strain resistance for alloys under high-temperature deformation that would describe the combined influence of hardening, recovery, recrystallization and barrier effects.

Previously, we developed and tested a model of strain resistance for a number of aluminum alloys and steels with an fcc lattice [42–44] within a wide temperature – strain rate range. The ability of the model to predict the part of the dynamic recrystallization with acceptable engineering precision under time-varying strain rate of the specimen was shown in [45].

The paper proposes a new rheological model of strain resistance, which is based on the model found in [45] and takes into account the viscous properties of an alloy under plastic deformation, its softening due to recovery and recrystallization and its hardening due to the barrier effect of blocking the motion of free dislocations and the growth of recrystallized grains by inclusions. The model has been identified by experimental data obtained for the AMg6 alloy.

2. Material and investigation procedure

Cylindrical specimens with a diameter of 8 ± 0.1 mm and a height of 12 ± 0.1 mm were machined from 10-mm AMg6 alloy rod (Al 92.4; Mg 6.56; Fe 0.27; Si 0.16; Cu 0.013; Mn 0.05; Ti 0.04; Zn 0.02; Be 0.0012%). They were compressed at 400 and 500 °C by a cam plastometer installed in the "Plastometriya" center for collective use at the Institute of Engineering Science, UB RAS. The specimens were annealed in vacuum at 500 °C for 4 hours before deformation.

To avoid heat losses during testing, the specimen was wrapped by kaolin wool and placed into a metal container together with heads. The container with the specimen inside was heated in an electric furnace up to the temperature of testing and then transferred from the furnace to the working space of the apparatus where the specimen was deformed. The specimen temperature during heating and the temperature variations inside the container during testing were monitored by a chromel-alumel thermocouple. Since we could not avoid specimen temperature fall while transferring the container from the furnace to the start of compression, the specimens were overheated to 4 degrees above the intended testing temperature. As a result, the guaranteed temperature for the beginning of deformation was 400 ± 2 and 500 ± 2 °C. Graphite was used as a lubricant between the specimen and the heads, with the Coulomb friction coefficient $\mu=0.1$ at temperatures ranging between 300 and 400 °C and $\mu=0.15$ at 500 °C for aluminum alloys.

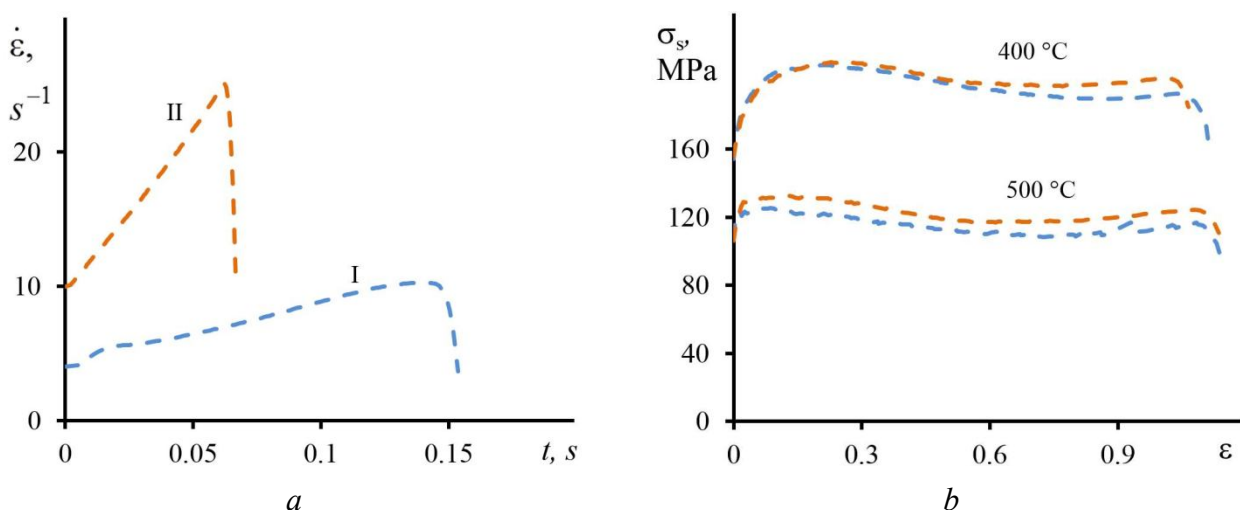


Fig. 1. Experimental curves representing strain rate $\dot{\epsilon}$ as dependent on deformation time t (a) and strain resistance σ_s as dependent on the amount of strain ϵ (b). The blue curve corresponds to loading form I, and the orange curve corresponds to loading form II.

The dotted curves in Fig. 1 show experimental data on compression. While constructing the graphical dependences, we consider that the experiment deals with a uniaxial stress state. The specimen strain rate $\dot{\varepsilon}$ is calculated as

$$\dot{\varepsilon}(t) = \dot{h}(t)/h(t), \quad (1)$$

where $h(t)$ is the current height of the specimen at a time moment t , $h(t) = h_0 - \Delta h(t)$. Strain resistance σ_s is calculated by the formula

$$\sigma_s(t) = P(t)/F(t), \quad (2)$$

where $P(t)$ is the current pressing force; $F(t)$ is the current specimen cross-sectional area determined from the constant volume condition for the specimen and the assumption of its strain homogeneity under uniaxial stress, $F(t) = \frac{\pi d_0^2 h_0}{4h(t)}$ (h_0 is the initial height of the specimen; d_0 is the initial diameter of the specimen).

It is obvious from Fig. 1a that the strain rate of the specimens was varied during the experiment. The necessity of compressing specimens with variable strain rate within one experiment is a peculiarity of the model parameter identification procedure based on the principles of dynamic object identification. According to these principles, only one experiment is in principle enough to evaluate the parameters of a mathematical model, see [46]. The obtained parameter values are valid only in the investigated interval of strain rates. To extend this interval, experiments for each temperature were carried out with realizing two different functions of time-varying strain rate (hereinafter referred to as loading form) presented in Fig. 1a, at least four experiments being made for each form.

The microstructure was studied by the method of electron backscattered diffraction (EBSD) with the use of a MIRA 3 TESCAN raster electron microscope with an OXFORD HKL NordlysF+ detachable device installed at the Institute of Engineering Science, Russian Academy of Sciences (Ural Branch), and by the method of transmission electron microscopy (TEM) with the use of a JEM200CX microscope installed at the Testing Center for Nanotechnologies and Advanced Materials, a collective use center belonging to the Institute of the Physics of Metals, Russian Academy of Sciences (Ural Branch). The scanning step for the EBSD analysis was 300 nm. The microstructure analysis was made by one representative specimen in a series of similar experiments. We assumed that the grains had misorientation exceeding 15° and that the subgrain misorientation ranged from 2 to 15° . When restoring the specimen microstructure, we assumed that a grain could not be smaller than the double step of scanning, i.e. each grain must have at least two points with a certain crystallographic direction. The volume portion of dynamic recrystallization that had occurred was calculated with the use of data on the mean misorientation of the lattice inside a grain Θ_{mid} and the critical misorientation angle Θ_{max} [47]. In [45] a technique for calculating Θ_{max} was proposed, and its value for the AMg6 alloy was found to be 1.3° . To determine the value of Θ_{max} , the middle misorientation angle Θ_{mid} was calculated for each grain. Then, using a search with a step of 0.05, we calculated the critical misorientation angle Θ_{max} so that the increase or decrease in the value of Θ_{max} does not turn the deformed grains into recrystallized grains, and vice-versa. Figure 2 shows an example of determining recrystallized and deformed grains. The portion of dynamically recrystallized grains V_{exp} is here calculated as the ratio between the total area of recrystallized grains and the total area of grains.

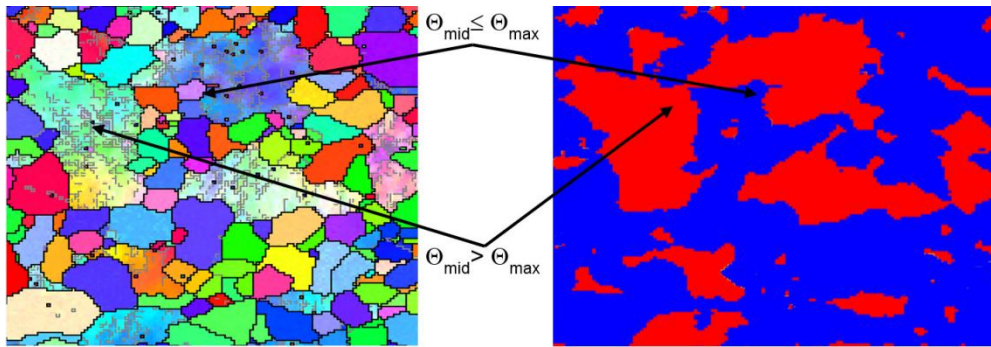


Fig. 2. An example of determining the recrystallized (*blue*) and deformed (*red*) grains when $\Theta_{max}=1.3^\circ$

3. Results and discussion

3.1 Analysis of hardening and softening

The specimen microstructure was analyzed in the specimen center. Figure 3 shows the microstructure before and after deformation of the specimens. On the microstructure images in Fig. 3, the pixel color corresponds to definite crystallographic orientation. Each crystallographic orientation is represented in the color scale of the inverse pole figure, see Fig. 3d.

Figure 3a shows the microstructure of the AMg6 alloy specimen before deformation. It is obvious from the microstructure images that in the specimen center there are large elongated grains. Figs 3b and 3c demonstrate the microstructure images in the center of the specimens compressed according to form II (Fig. 1) at temperatures of 400 and 500 °C, respectively. Figure 4 shows a distribution map of deformed and recrystallized grains at $\Theta_{max}=1.3^\circ$ after specimen compression. In Figs 3 and 4 big black spots symbolize areas with indefinite crystallographic orientation and, generally, they are dispersoids. According to [48], the dispersoids may be the following compounds: Al_3Mg_2 , Al_6Mn , Mg_2Si and $AlFeSiMn$.

Figure 4 shows that the portion represented by recrystallized grains in the residual microstructure of the deformed specimens is significant. Thus the volume portion of dynamic recrystallization V_{exp} is 82 % for 400 °C and 90 % for 500 °C. The portion of dynamically recrystallized grains is here calculated as the ratio between the total area of recrystallized grains and the total area of grains.

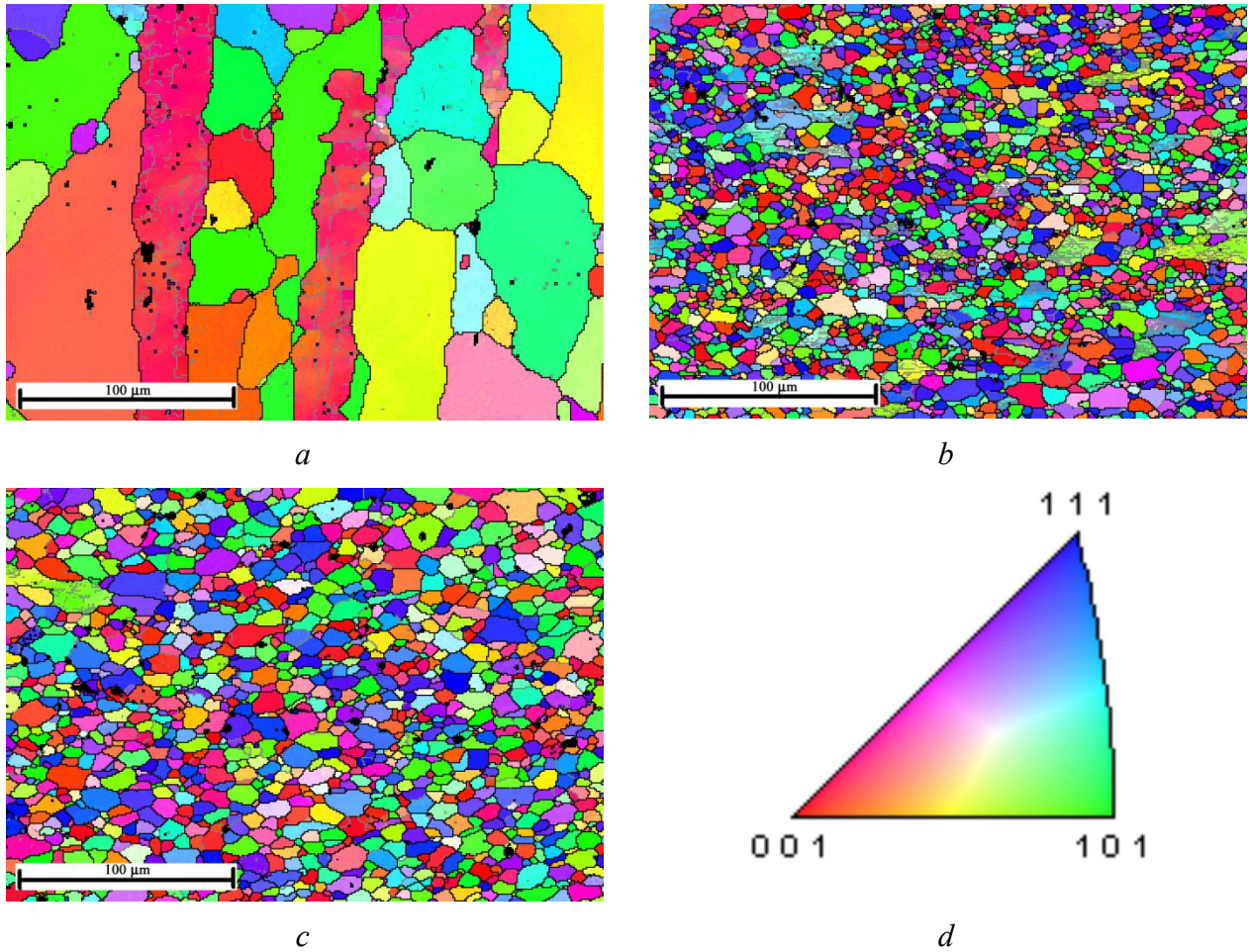


Fig. 3. The microstructure of an AMg6 alloy specimen in the central zone before deformation (*a*) and after deformation according to loading form II (Fig. 1*a*) at 400 (*b*) and 500 °C (*c*). The inverse pole figure (*d*)

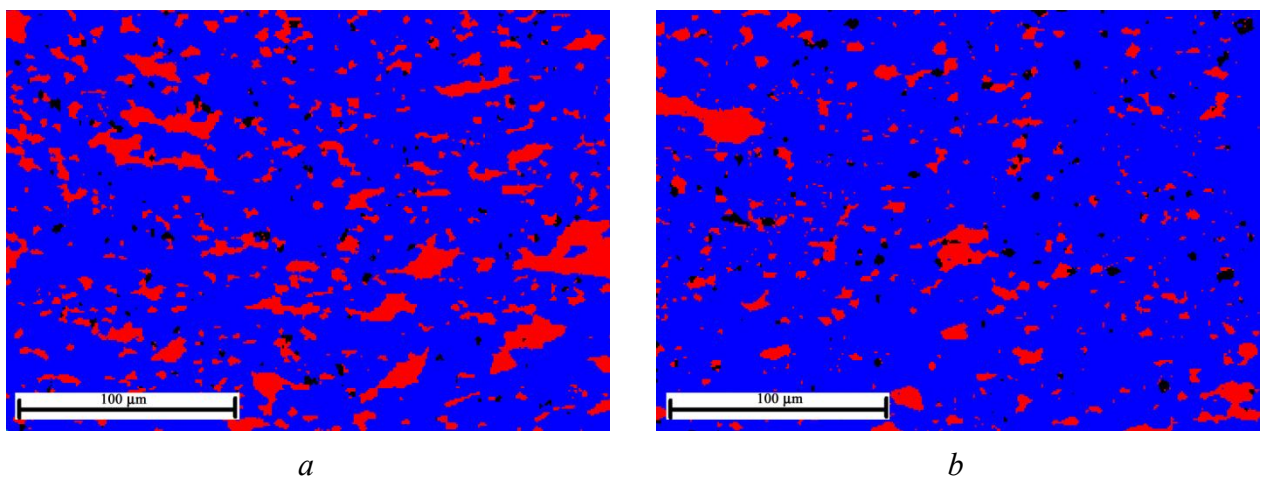


Fig. 4. A distribution map for deformed and recrystallized grains after deformation at 400 (*a*) and 500 °C (*b*). The *red* color shows deformed grains; the *blue* color shows recrystallized grains

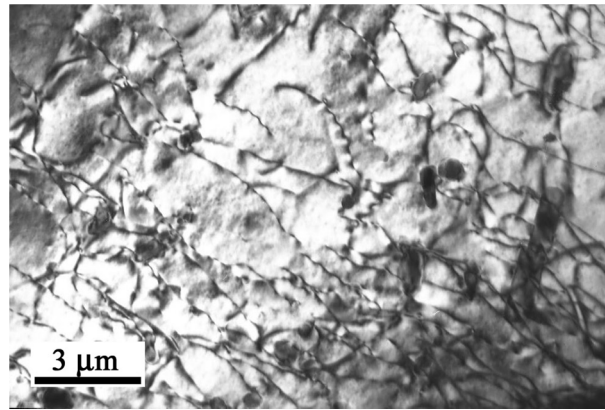


Fig. 5. Dispersoids and dislocations in the AMg6 alloy

The presence of a large fraction of recrystallized grains in the residual microstructure suggests that, at high strain, the growth of the grains was delayed by the growth of the neighboring grains [1–3]. As a result, the rate of material softening gradually decreased and that may cause material hardening. However, material hardening may be induced not only by decelerating recrystallization, but also by the presence of a large number of inclusions in the specimen microstructure. These inclusions block the motion of free dislocations and prevent the motion of boundaries and subboundaries. In the specimen microstructure before and after deformation, there are dispersoids sized between 60 nm and 2 μm, see Fig. 5. According to the images made by a transmission electron microscope, there doesn't seem to be a noticeable change in the number of dispersoids in the microstructure during deformation. Therefore all the dispersoids in the alloy were formed in the previous stages of material treatment. However, the large density of dispersoids gives rise to a significant number of areas where dislocations, which were involved in plastic deformation, were blocked and that is certain to have resulted in the hardening of the material.

3.2 Strain resistance model

The paper [42] proposed a strain resistance model describing the rheological behavior of alloys in conditions when an alloy exhibited viscous properties during plastic deformation, when hardening took place due to increasing dislocation density and softening occurred due to dynamic recrystallization and recovery. The works [44, 45 and 49] showed that the developed model described, with a good accuracy, the rheology of the AMg6 alloy at a temperature of 300 °C in a wide strain rate range. It was found that the main process of softening was dynamic recrystallization, which occurred to a significantly smaller degree than at temperatures of 400 and 500 °C. At strain temperatures of 400 and 500 °C, the recrystallization was active, and the influence of the barrier effect on the growth of grains and the blocking of free dislocations increased. As a result, the absence of structural constituents in the strain resistance model, which would describe the barrier effect, caused the incorrect description of the strain resistance curve.

A new strain resistance model has been made on the basis of the previously developed model described in [45]. The entire volume of an alloy is divided into three portions named V_r , V_p and V_n . The value V_r is the volume portion with dynamic recrystallization; the value V_p is the volume portion with dislocations blocked by dispersoids and impurity atoms; the value V_n is equal to the remaining portion of the alloy volume. This decomposition satisfies the equality

$$V_n + V_r + V_p = 1. \quad (3)$$

At the initial moment of time before deformation,

$$V_n = 1, \quad V_r = 0, \quad V_p = 0. \quad (4)$$

It is assumed that all the plastic deformation is concentrated in the volume V_n , that the increment of yield stress due to the shear k in the Mises plasticity condition is attributed to plastic deformation and that this increment is proportional to the volume V_n , the increment of dislocation density and the volume V_p .

During plastic deformation, free dislocations involved in plastic deformation are pinned by dispersoids or impurity atoms thus causing material hardening [4, 13]. At the same time, at high temperatures due to high mobility of dislocations, dynamic recovery occurs actively, and this results in the annihilation of pinned dislocations and, as a consequence, in the reduction of the volume V_p . Thus, during plastic deformation, the volume V_p can both increase and decrease due to two competing processes.

Based on the above, the strain resistance model taking into account the barrier effects is presented in the following form:

$$\begin{aligned} \sigma_s &= \sqrt{3}k + \frac{\sqrt{3}}{2}q; \\ k &= a_0 + \rho V_n (a_{10} + a_{11}V_p)^{a_{12}}; \\ \dot{\rho} &= a_1 \exp(-a_2 \rho) \dot{\varepsilon} - a_3 \rho; \\ \dot{V}_p &= a_{13} \dot{\varepsilon} - a_{14} \frac{V_n}{1 + \rho}; \\ \dot{V}_r &= \begin{cases} a_5 \varepsilon_r R^2 \frac{dR}{dt} & \text{if } V_r \leq a_6; \\ \dot{V}_r^* \left(\frac{1 - V_r}{1 - a_6} \right)^{a_7} & \text{if } V_r > a_6; \\ \dot{V}_r^* & \text{when } V_r = a_6; \end{cases} \\ \varepsilon_r &= \int_0^{t_r} \dot{\varepsilon} dt; \quad \frac{dR}{dt} = \dot{\varepsilon} \rho \quad \text{when } \rho > a_4; \\ q &= a_8 \ln(1 + a_9 \dot{\varepsilon}). \end{aligned} \quad (5)$$

Here q is a function describing the viscous properties of the material; ρ is the quantity proportional to the dislocation density increment induced by plastic deformation; $\dot{\varepsilon}$ is strain rate (for the uniaxial stress state under compression $\dot{\varepsilon} = |v|/h$; v is the speed of the testing machine grip; h is the current height of the specimen under deformation); ε_r is the strain accumulated before the onset of dynamic recrystallization; R is the radius of a recrystallized grain, $R(t_r) = 0$, t_r is the time moment of the dynamic recrystallization onset defined by the condition $\rho = a_4$; a_i ($i = 0, \dots, 14$) are the model parameters to be identified by the experimental data. The dot above the symbols indicates a time derivative.

The system of equations (5), together with conditions (3) and (4), represents the physical-mechanical hierarchical rheological model describing, in the aggregate, the viscous and plastic properties of a medium. The model deals with plastic hardening due to the dislocation density increment and the blocking of the motion of free dislocations by dispersoids, as well as softening due to dynamic recovery and recrystallization.

3.3 Identification of the strain resistance model

The model parameters have been found by minimizing the root-mean-square deviation of the calculated values of strain resistance $\sigma_s(t)$ from the experimental ones $z(t)$ simultaneously with respect to two experimental strain resistance curves for each temperature separately, as

$$J(a_0, \dots, a_{14}) = \sum_{j=1}^2 \int_0^T [\sigma_s(t) - z(t)]^2 dt, \quad (6)$$

where T is the time of specimen deformation. The identification results for the strain resistance model are shown in Fig. 6b by solid lines. The model parameters are given in the Table.

Table – The parameters of the strain resistance model

$T, ^\circ\text{C}$	a_0	a_1	a_2	a_3	a_4	a_5	a_6	a_7	a_8	a_9	a_{10}	a_{11}	a_{12}	a_{13}	a_{14}
400	64	10125	0.03	0.003	8.2	0.009	0.254	4.58	13.8	3.6	0.3	1.4	1.13	0.04	0.14
500	44	10577	0.02	86.747	14.7	0.021	0.67	2.52	13.4	1.9	0.24	0.2	1.62	0.04	0.27

The average relative deviation δ of the experimental curves from the calculated ones is 1.4 % for the test temperature of 400 °C and 1.6 % for the test temperature of 500 °C. The value of δ is calculated by the formula:

$$\delta = \frac{1}{N} \sum_{j=1}^{N=2} \frac{\int_0^{T_j} |\sigma_s(t) - z(t)| dt}{\int_0^{T_j} z(t) dt} \cdot 100\%, \quad (7)$$

where j is the experiment number; N is the total number of tests in all the experiments used for identification ($N = 2$); T_j is the time of specimen deformation for the j -th experiment; z denotes the experimental values of strain resistance and σ_s denotes the values obtained from the identification of the strain resistance model for the j -th experiment.

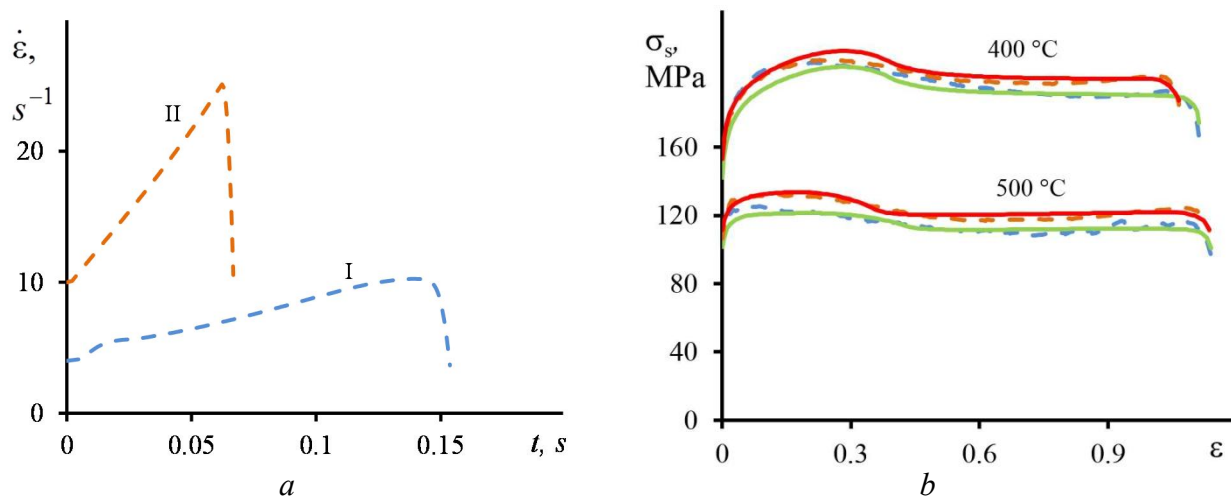


Fig. 6. Strain rate $\dot{\epsilon}$ as dependent on deformation time t (a); strain resistance σ_s as dependent on strain ϵ (b)

The experimental data is indicated by the dotted curve and the calculated one is shown by the solid curve. The blue dotted curve corresponds to loading form I and the orange one corresponds to loading form II.

Figure 6b shows that strain resistance increases at the beginning, then reaches its peak value, decreases and increases again. The proposed mathematical model of strain resistance takes into account this rheological behavior of the material. This means that the model reflects qualitatively correctly the physical processes of structure formation in the alloy during deformation.

The obtained parameters of the strain resistance model (see Table) can be used to construct strain resistance curves for a constant strain rate within the range of strain rates used in the experiment. Figure 7 shows strain dependences of strain resistance σ_s at constant strain rates equal to 5, 10 and 20 s^{-1} .

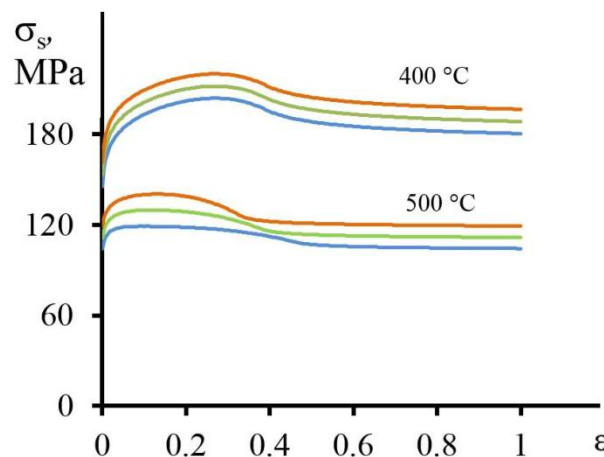


Fig. 7. Strain resistance σ_s as dependent on strain ε at a constant strain rate, s^{-1} : 5 (blue curve), 10 (green curve) and 20 (orange curve)

4. Conclusion

1. In this paper we have constructed a strain resistance model describing the rheological behavior of alloys at high-temperature plastic deformation when the processes of hardening due to the dislocation density increment, dynamic recovery, recrystallization and the blocking of the motion of free dislocations by inclusions occur simultaneously in a material.

2. It is illustrated by the AMg6 alloy that the strain resistance model qualitatively and quantitatively correctly describes the behavior for the strain resistance curve of the alloy at temperatures of 400 and 500 °C when $\dot{\varepsilon} = 5 - 25 s^{-1}$.

3. Applying the method of electron backscattered diffraction, we have established that the main process of AMg6 alloy softening at temperatures of 400 and 500°C when $\dot{\varepsilon} = 5 - 25 s^{-1}$ is dynamic recrystallization resulting in the formation of new grains. The volume fraction of dynamic recrystallization is 80 and 90 % of the total volume at test temperatures of 400 and 500 °C, respectively.

4. The appearance of the second hardening segment on the strain resistance curve (see Fig. 1b) is caused by the slowdown of dynamic recrystallization and the barrier effect of dispersoids blocking free dislocations as well as grain and subgrain boundaries.

Acknowledgments

The work was partially financially supported by the grant of the RFBR (project 14-08-31262) and the Program of UB RAS (project 13-1-019-RC).

References

1. Poluhin P.I., Gorelik S.S., Vorontsov V.K. *Fizicheskie osnovy plasticheskoi deformatsii* [Basic physics of plastic deformation]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1982, 584 p. (In Russian).
2. Gorelik S.S., Dobatkin S.V., Kaputkina L.M. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of metals and alloys]. Moscow, MISSIS Publ., 2005, 432 p. (In Russian).
3. Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Juul Jensen D., Kassner M.E., King W.E., McNelley V.R., McQueen H.J., Rollett A.D. Current issues in recrystallization: A review. *Materials Science and Engineering A*, 1997, vol. 238, no. 2, pp. 219–274.
4. Babich V.K., Gul Yu.P., Dolzhenkov I.E. *Deformatsionnoe starenie stali* [Strain aging of steel]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1972, 320 p. (In Russian).
5. Hähner P., Rizzi E. On the kinematics of Portevin-Le Chatelier bands: Theoretical and numerical modelling. *Acta Materialia*, 2003, vol. 51, no. 12, pp. 3385–3397.
6. Rizzi E., Hähner P. On the Portevin-Le Chatelier effect: Theoretical modeling and numerical results. *International Journal of Plasticity*, 2004, vol. 20, no. 1, pp. 121–165.
7. Anjabin N., Karimi Taheri A., Kim H.S. Simulation and experimental analyses of dynamic strain aging of a supersaturated age hardenable aluminum alloy. *Materials Science and Engineering A*, 2013, vol. 585, pp. 165–173.
8. Zhu S.M., Nie J.F. Serrated flow and tensile properties of a Mg-Y-Nd alloy. *Scripta Materialia*, 2004, vol. 50, no. 1, pp. 51–55.
9. Wang C., Xu Y., Han E. Serrated flow and abnormal strain rate sensitivity of a magnesium–lithium alloy. *Materials Letters*, 2006, vol. 60, no. 24, P. 2941–2944.
10. Zhongjun W., Weiping J., Jianzhong C. Study on the Deformation Behavior of Mg-3.6% Er Magnesium Alloy. *Journal of Rare Earths*, 2007, vol. 25, no. 6, pp. 744–748.
11. Denisov E.K., Mihlik D.V., Shibkov A.A., Zheltov M.A. Discontinuous deformation and structure of alloy Cu-Zn-Sn. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2008, no. 9, pp. 6–11. (In Russian).
12. Shibkov A.A., Mazilkin A.A., Protasova S.G., Mihlik D.V., Zolotov A.E., Zheltov M.A., Shuklinov A.V. The influence of impurities on discontinuous deformation of the AMg6 alloy. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2008, no. 5, pp. 24–32. (In Russian).
13. Krishtal M.M. Discontinuous fluidity in aluminium-magnesium alloys. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1990, no. 12, pp. 140–143. (In Russian).
14. Mazen A.A. Effect of deformation temperature on the mechanical behavior and deformation mechanisms of Al-Al₂O₃ metal matrix composites. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 1999, vol. 8, no. 4, pp. 487–495.
15. Puchi-Cabrera E.S. A constitutive description for aluminum-0.1 pct magnesium alloy under hot working conditions. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 2003, vol. 34, no. 12, pp. 2837–2846.
16. Gouttebroze S., Mo A., Grong Ø., Pedersen K.O., Fjær H.G. A new constitutive model for the finite element simulation of local hot forming of aluminum 6xxx alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 2008, vol. 39 A, no. 3, pp. 522–534.
17. Zhang P., Li F., Wan Q. Constitutive equation and processing map for hot deformation of SiC particles reinforced metal matrix composites. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2010, vol. 19, no. 9, pp. 1290–1297.
18. Asgharzadeh H., Simchi A., Kim H.S. Hot deformation of ultrafine-grained Al6063/Al₂O₃ nanocomposites. *Journal of Materials Science*, 2011, vol. 46, no. 14, pp. 4994–5001.
19. Rajamuthamilselvan M., Ramanathan S. Development of processing map for 7075 Al/20% SiCp composite. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2012, vol. 21, no. 2, pp. 191–196.
20. Mondal C., Singh A.K., Mukhopadhyay A.K., Chattopadhyay K. Effects of different modes of hot cross-rolling in 7010 aluminum alloy: Part II. Mechanical properties anisotropy.

- Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2013, vol. 44, no. 6, pp. 2764–2777.
21. Mondal C., Singh A.K., Mukhopadhyay A.K., Chattopadhyay K. Effects of different modes of hot cross-rolling in 7010 aluminum alloy: Part I. Evolution of microstructure and texture. Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science, 2013, vol. 44, no. 6, pp. 2746–2763.
 22. Yang Y., Li F., Yuan Z., Qiao H. A modified constitutive equation for aluminum alloy reinforced by silicon carbide particles at elevated temperature. Journal of Materials Engineering and Performance, 2013, vol. 22, no. 9, pp. 2641–2655.
 23. Gangolu S., Rao A.G., Prabhu N., Deshmukh V.P., Kashyap B.P. Hot Workability and Flow Characteristics of Aluminum-5 wV.% B4C Composite. Journal of Materials Engineering and Performance, 2014, vol. 23, iss.4, pp.1366–1373.
 24. Shuklinov A.V., Denisov E.K., Mihlik D.V., Zolotov A.E., Zheltov M.A., Shibkov A.A. The transition from a stable to an abrupt deformation caused by the change of composition and structure of Al-Mg alloy. Deformatsiya i razrushenie materialov, 2008, no. 3, pp. 30–35. (In Russian).
 25. Mochalov N.A., Galkin A.M., Mochalov S.N., Parfenov D.Yu. *Plastometricheskie issledovaniya metallov* [Plastometer research of metals]. Moscow, Internet Inzhiniring Publ., 2003, 318 p. (In Russian).
 26. Meng L.J., Sun J., Xing H., Yu W.W., Xue F. Study of low-cycle fatigue of Al6XN austenitic stainless steel. Nuclear Engineering and Design, 2011, vol. 241, no. 8, pp. 2839–2842.
 27. Novikov I.I. *Teoriya termicheskoi obrabotki metallov* [Theory of heat treatment of metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1978, 391 p. (In Russian).
 28. Belyaev A.I., Bochvar O.S., Buynov N.N. *Metallovedenie alyuminiya i ego splavov* [Physical metallurgy of aluminium and its alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1983, 280 p. (In Russian).
 29. Kugler G., Turk R. Modelling the dynamic recrystallization under multi-stage hot deformation. Acta Materialia, 2004, vol. 52, no. 15, pp. 4659–4668.
 30. Serajzadeh S. Modelling dynamic softening processes during hot working. Materials Science and Engineering A, 2005, vol. 404, no. 1–2, pp. 130–137.
 31. Lin Y.C., Chen X.-M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working. Materials & Design, 2011, vol. 32, no. 4, pp. 1733–1759.
 32. Kodzhaspirov G.E., Terentyev M. Modeling the dynamically recrystallized grain size evolution of a superalloy. Materials Physics and Mechanics, 2012, vol. 13, no. 1, pp. 70–76.
 33. Rudskoy A.I., Kodzhaspirov G.E., Ereteev M.I. Evolution of the structure and properties of Ni-29Cr-9Fe at high-temperature plastic deformation: Experiment and modeling. Deformatsiya i razrushenie materialov, 2013, no. 5, pp. 43–48. (In Russian).
 34. Momeni A., Ebrahimi G.R., Jahazi M., Bocher P. Microstructure evolution at the onset of discontinuous dynamic recrystallization: A physics-based model of subgrain critical size. Journal of Alloys and Compounds, 2014, vol. 587, pp. 199–210.
 35. Guiqing Ch., Gaosheng F., Wenduan Ja., Chaozeng Ch., Zechang Z. Mathematical model of dynamic recrystallization of aluminum alloy 3003. Metallovedenie i termicheskaja obrabotka metallov, 2013, no. 4, pp. 51–56. (In Russian).
 36. Wenduan Ya., Gaosheng F., Guiqing Ch. Kinetic model of dynamic recrystallization of aluminum alloy 1235. Metallovedenie i termicheskaja obrabotka metallov, 2012, no. 4, pp. 23–26. (In Russian).
 37. Haimovich A.I., Surkov O.S. Fenomenological model of dynamic recrystallization of aircraft alloys. Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo aerokosmicheskogo universiteta, 2009, no. 3–3(27), pp. 150–153. (In Russian).
 38. Gourdet S., Montheillet F. A model of continuous dynamic recrystallization. Acta Materialia, 2003, vol. 51, no. 9, pp. 2685–2699.
 39. McQueen H.J., Kassner M.E. Comments on a model of continuous dynamic recrystallization proposed for aluminum. Scripta Materialia, 2004, vol. 51, no. 5, pp. 461–465.

40. Hallberg H., Wallin M., Ristinmaa M. Modeling of continuous dynamic recrystallization in commercial-purity aluminum. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, vol. 527, no. 4–5, pp. 1126–1134.
41. Eivani A.R., Zhou J., Duszczek J. Numerical modeling of subgrain growth of hot extruded Al–4.5Zn–1Mg alloy in the presence of nanosized dispersoids. *Computational Materials Science*, 2014, vol. 86(15 April) pp. 9–16.
42. Konovalov A.V. Viscoplastic model for the resistance of metals to high-temperature deformation. *Metally*, 2008, vol. 2008, no. 5, pp. 456–459.
43. Konovalov A.V., Smirnov A.S. Viscoplastic model for the strain resistance of 08Kh18N10T steel at a hot-deformation temperature. *Metally*, 2008, vol. 2008, no. 2, pp. 138–141.
44. Konovalov A.V., Smirnov A.S., Mazunin V.P., Kokovikhin E.A., Muizemnek O.Yu. Modeling of strain resistance of 08Kh18N10T steel and AMg6 alloy at high rates and temperatures of strains. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2012, no. 7, pp. 7–12. (In Russian).
45. Smirnov A.S., Konovalov A.V., Muizemnek O.Yu. Identification of model of strain resistance subject to volume fraction of dynamic recrystallization. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2013, no. 9, pp. 7–13. (In Russian).
46. Speedy C.B., Brown R.F., Goodwin G.C. *Teoriya upravleniya. Identifikatsiya i optimalnoe upravlenie* [Control theory. Identification and optimal control]. Moscow, Mir Publ., 1973, 248 p. (In Russian).
47. Dzaszyk S., Payton E.J., Friedel F., Marx V., Eggeler G. On the characterization of recrystallized fraction using electron backscatter diffraction: A direct comparison to local hardness in an IF steel using nanoindentation. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, vol. 527, no. 29–30, pp. 7854–7864.
48. Kolychev B.A., Livanov V.A., Elagin V.I. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka tsvetnykh metallov i splavov* [The metallography and heat treatment of nonferrous metals and alloys]. Moscow, MISSIS Publ., 1999, 416 p. (In Russian).
49. Konovalov A.V., Smirnov A.S. Simulation of strain resistance of AMg6 alloy under hot temperature deformation. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2008, no. 5, pp. 33–36. (In Russian).

THE EFFECT OF THE STRESS STATE ON THE ULTIMATE PLASTICITY OF STEEL X80

D. I. Vichuzhanin^{1*}, V. A. Khotinov², S. V. Smirnov¹

¹ *Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation*

² *Yeltsin UrFU. Institute of Materials and Metallurgy, 28 Mira st., Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: mmm@imach.uran.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 375-35-96; fax: +7 (343) 374-53-30

The dependence of ultimate plasticity on the triaxiality parameter and the Lode-Nadai coefficient is obtained for steel X80. The fracture locus allows the plasticity of the investigated materials to be evaluated for the whole range of the Lode-Nadai coefficient. Cylindrical specimen tension, bell-type specimen tension and compression and membrane extrusion are used for fracture locus calibration. The results can be used for plasticity resource estimation for steels under a complex stress-strain state in main pipelines subject to extreme loads.

Keywords: high-strength steel, fracture locus, plasticity resource, main pipeline.

References

1. Morozov Yu.D., Nastich S.Yu., Matrosov M.Yu., Chevskaya O.N. Obtaining high-quality properties of rolled material for large-diameter pipes based on formation of ferrite-bainite microstructure. *Metallurgist*, 2008, vol. 52, no. 1–2, pp. 21–28.
2. Arabey A.B. Requirements on the metal in gas pipelines. *Steel in translation*, 2010, vol. 40, no. 7, pp. 601–608.
3. Arabey A.B., Pyshmintsev I.Yu., Farber V.M., Khotinov V.A., Struin A.O. Failure of pipe steel of X80 (K65) strength class. *Steel in translation*, 2012, vol. 42, no. 3, pp. 212–218.
4. Arabey A.B., Farber V.M., Pyshmintsev I.Yu., Glebov A.G., Selivanova O.V., Lezhnin N.V. Microstructure and dispersed phases in high – strength steels of gas large-diameter pipes. *Nauka I technical v gazovoy promishlennosti*, 2011, no. 4, pp. 86–91. (In Russian).
5. Rusakova V.V., Lobanova T.P., Arabey A.B., Pyshmintsev I.Yu. Organizing of complex research of domestic pipes for modern gas pipelines of new gen-eration. *Nauka I technical v gazovoy promishlennosti*, 2009, no.1, pp. 17–21. (In Russian).
6. Pyshmintsev I.Y., Maltseva A.N., Gervasev A.M., Smirnov M.A., Korznikov A.V. Structure and properties of low – carbon pipe steel after pneumatic testing. *Steel in translation*, 2011, vol. 41, no. 2, pp. 157–164.
7. Bridgman P.W. *Studies in large plastic flow and fracture*. McGraw-Hill, 1952, 362 p.
8. Atkins A.G. Fracture in forming. *Journal of Materials Processing Technology*, 1996, vol. 56, pp. 609–618.
9. Gubkin S.I. *Deformiruemost metallov* [Deformability of metals]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 1953, 199 p. (In Russian).
10. Smirnov – Alyaev G.A., Rozenberg V.M. *Teoriya plastichnykh deformatsyi metallov* [Theory of metals plastic deformations]. Moscow, Mashgiz Publ., 1956, 367 p. (In Russian).
11. Bao Y., Wierzbicki T. On fracture locus in the equivalent strain and stress triaxiality space. *International Journal of Mechanical Sciences*, 2004, vol. 46, iss. 1, pp. 81–98.
12. Achouri M., Germain G., Dal Santo P., Saidane D. Experimental characterization and numerical modeling of micromechanical damage under different stress states. *Materials and Design*, 2013, vol. 50, pp. 207–222.

13. Wierzbicki T., Xue L. On the effect of the third invariant of the stress deviator on ductile fracture. Impact & Crashworthiness Laboratory. Cambridge, MA, MIT Press, 2005, Report 136.
14. Smirnov S.V. Accumulation and healing of damage during plastic metal forming: simulation and experiment. Key Engineering Materials, 2013, vol. 528, pp. 61–69.
15. Gorkunov E.S., Mitropolskaya S.Yu., Vichuzhanin D.I., Tueva E.A. Magnetic methods for estimation of load and damage levels in X70 steel. Physical Mesomechanics, 2011, vol. 14, iss. 1–2, pp. 85–93.
16. Cachanov L.M. Time to fracture in creep conditions. Doklady AN SSSR, seriya OTN, 1958, no. 8, pp. 67–75. (In Russian).
17. Rabotnov Yu.N. *Voprosy prochnosti materialov i konstruktsiy* [Problems of the strength of metals and structures]. Moscow, AN SSSR Publ., 1959, 120 p. (In Russian).
18. Kolmogorov V.L. *Napryazhenie, deformatsiya, razrushenie* [Stresses, deformation, fracture]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1970, 229 p. (In Russian).
19. Bogatov A.A., Mizhiritsky O.I., Smirnov S.V. *Resurs plastichnosti metallov pri obrabotke davleniem* [Metal plasticity resource under metal forming]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1984, 144 p. (In Russian).
20. Smirnov S.V., Shveikin V.P. *Plastichnost i deformiruemost uglerodistykh staley pri obrabotke davleniem* [Plasticity and deformability of carbon steels under metal forming]. Ekaterinburg, YrO RAN Publ., 2009, 256 p. (In Russian).
21. Cockcroft M.G., Latham D.J. Ductility and the workability of metals. Journal of the Institute of Metals, 1968, vol. 96, pp. 33–39.
22. Gurson A.L. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth: Part I. Yield criteria and flow rules for porous ductile media. Journal of Engineering Materials and Technology, 1977, vol. 99, pp. 2–15.
23. Johnson G.R., Cook W.H. Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures. Engineering Fracture Mechanics, 1985, vol. 21 (1), pp. 31–48.
24. Lemaitre J. A Course on Damage Mechanics. Berlin, Springer-Verlag, 1992. 44 p.
25. Bai Y., Wierzbicki T. A new model of metal plasticity and fracture with pressure and Lode dependence. International Journal of Plasticity, 2008, vol. 24, iss. 6, pp. 1071–1096.
26. Bammann D.J., Solanki K.N. On kinematic, thermodynamic, and kinetic coupling of a damage theory for polycrystalline material. International Journal of Plasticity, 2010, vol. 26, iss. 6, pp. 775–793.
27. Davidenkov N.N., Spiridonova N.I. Mechanical methods of testing analysis of the state of stress in the neck of a tension test specimen. Proc. ASTM, 1946, vol. 46, p. 1147.
28. Levanov A.N., Kolmogorov V.L., Burkin S.P. *Kontaknoe trenie v protsessakh obrabotki metallov davleniem* [Contact friction in metal forming processes]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1976, 416 p. (In Russian).
29. Smirnov S.V., Domilovskaya T.V., Bogatov A.A. In: Advanced Methods in Materials Processing Defects, by M. Predeleanu and P. Gilormini. Elsevier Science B.V., 1997, pp. 71–80.
30. Hooke R., Jeeves T. A Direct Search Solution of Numerical and Statistical Problems. Journal of the ACM, 1961, vol. 8, pp. 212–229.
31. Islamgaleeva L.F., Zaripov R.M. [Influence of extent of ground flooding of adjacent underground sections on stress – strain state of underwater gas pipeline] Elektronnyi nauchny zhurnal «Neftegazovoe delo», 2011, no. 6 (In Russ.) Available at: http://www.ogbus.ru/authors/Islamgaleeva/Islamgaleeva_1.pdf (accessed 21.07.2014).
32. Suzuki N., Kondo J., Shimamura J. Strain Capacity of High – Strength Line Pipes. JFE Technical Report, 2008, no. 12, pp. 20–26.

УДК 621.7.011:539.374

ВЛИЯНИЕ НАПРЯЖЕННОГО СОСТОЯНИЯ НА ПРЕДЕЛЬНУЮ ПЛАСТИЧНОСТЬ ТРУБНОЙ СТАЛИ ГРУППЫ ПРОЧНОСТИ X80

Д. И. Вичужанин^{1*}, В. А. Хотинов², С. В. Смирнов¹
¹ Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

² ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина.» Институт материаловедения и металлургии, ул. Мира, 28, Екатеринбург, Российская Федерация

* Ответственный автор. Электронная почта: mmm@imach.uran.ru; Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация; Телефон: +7 (343) 375-35-96; Факс: +7 (343) 374-53-30

Получена зависимость предельной пластичности стали группы прочности X80 от показателя напряженного состояния и показателя Лоде – Надаи. Диаграмма позволяет оценивать пластичность исследуемых материалов во всем интервале изменения показателя Лоде – Надаи. Для построения диаграммы пластичности использовались испытания на растяжение гладких цилиндрических образцов и образцов с выточкой, растяжение и сжатие образцов типа «колокольчик», выдавливание мембран. Результаты исследований могут быть использованы для оценки ресурса пластичности сталей в условиях сложного напряженно-деформированного состояния при экстремальных нагрузках магистральных трубопроводов.

Ключевые слова: высокопрочные стали, диаграмма пластичности, ресурс пластичности, магистральный трубопровод.

1. Введение

Магистральные трубопроводы могут эксплуатироваться в различных порой экстремальных климатических условиях. При этом основными факторами, влияющими на напряженно-деформированное состояние, являются внутреннее давление и продольные усилия, вызванные перепадом напряжений в линейной части трубопровода вследствие различия температурных условий строительства и эксплуатации. Также не исключены и деформации, связанные с подвижностью грунта, непроектными нагружениями в условиях паводков и т. п. Поэтому в процессе эксплуатации условия термомеханического воздействия на трубу магистрального трубопровода могут изменяться в широком диапазоне значений. В связи с вышесказанным большое значение имеет оценка деформационных свойств и ресурса пластичности основного металла труб и сварных соединений трубопровода, накопленной в процессе эксплуатации.

Разработка новых сталей и использование современных технологий позволили получать высокопрочный лист и, соответственно, сварные трубы с исключительно высоким уровнем вязко-пластических характеристик [1, 2]. Так, стали класса прочности X80 обладают ультрамелкозернистой структурой феррита с дозированным (~30%) количеством бейнита/мартенсита, формирующейся в горячекатаном листе по технологии контролируемой прокатки и последующего ускоренного охлаждения. Такая структура обеспечивает им крайне высокий уровень ударной вязкости $KCV \approx 3,0 \text{ МДж/м}^2$ вплоть до низких температур испытания $t_{исп} = -40 \text{ }^\circ\text{C}$ [3, 4]. Однако в условиях испытаний на ударную вязкость материал исследуется в конкретных условиях напряженно-деформированного состояния, которые в полной мере не реализуются при эксплуатации трубопровода. Проведение полномасштабных полигонных (натурных) испытаний [5, 6] осуществляется в условиях, близких к условиям эксплуатации, однако требуют существенных затрат. Кроме того, в этом случае не учитывается исчерпание ресурса пластичности сталей при термо-упруго-пластических статических и цик-

лических деформациях, инициирующих ускорение процесса возникновения и развития трещин. Поэтому в данной статье сделана попытка оценить деформационную способность материала трубы и поврежденность в широком диапазоне изменений напряженно-деформированного состояния путем использования простых лабораторных экспериментов.

На деформационную способность материала могут влиять различные параметры напряженно-деформированного состояния. Так, в работах [7–11] было показано существенное влияние гидростатического давления. В работах [12–15] деформационная способность материала рассматривалась также в зависимости от вида напряженного состояния. В качестве критерия, позволяющего оценить деформационную способность материала, может быть использована величина поврежденности. Впервые кинематические уравнения накопления поврежденности были предложены Качановым [16] и Работновым [17].

Феноменологические модели поврежденности при больших пластических деформациях были разработаны В.Л. Колмогоровым и представителями его научной школы [18–20]. За рубежом развитием моделей поврежденности занимались такие ученые, как Коккрафт, Латам, Гарсон, Джонсон, Кук, Ламатр, Вержбицкий и др. [21–26].

В соответствии с феноменологической теорией под поврежденностью понимается скалярный параметр ω [18–20], который изменяется от 0 в начальный момент деформации до 1 при разрушении. В общем случае можно выделить два критических значения поврежденности $\omega^* = 0,2 - 0,4$ и $\omega^{**} = 0,6 - 0,8$. Электронно-микроскопические исследования показали, что достижение поврежденностью значения ω^* связано с образованием энергетически устойчивых микропор, а ω^{**} – с коалесценцией изолированных микропор и образованием микродефектов в виде пор и микротрещин [20]. Значения ω^* и ω^{**} не одинаковы для разных материалов. В соответствии с теорией поврежденность ω в условиях монотонной деформации может быть определена по формуле:

$$\omega = \int_0^{\Lambda} \frac{d\Lambda}{\Lambda_p}, \quad (1)$$

где $d\Lambda = \int_0^t H d\tau$ – степень деформации сдвига; H – интенсивность скоростей деформации сдвига; $\Lambda_p(k, \mu_\sigma)$ – пластичность [18], определяемая как предельная степень деформации сдвига, накопленная образцом к моменту разрушения при механических испытаниях в условиях монотонного деформирования при постоянных на всем процессе деформирования показателя напряженного состояния k и показателя Лоде-Надаи μ_σ :

$$k = \frac{\sigma}{T}; \mu_\sigma = 2 \frac{\sigma_{22} - \sigma_{33}}{\sigma_{11} - \sigma_{33}} - 1, \quad (2)$$

где $\sigma = \frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})$ – среднее нормальное напряжение; $T = \sqrt{0,5 S_{ij} S_{ij}}$ – интенсивность касательных напряжений; S_{ij} – компоненты девиатора напряжений $\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$ – главные напряжения. Совокупность показателей k и μ_σ однозначно характеризует напряженное состояние при пластической деформации, кроме того, являясь инвариантными и безразмерными, они позволяют сопоставлять напряженное состояние материалов с различным уровнем прочностных свойств. Графическая интерпретация функции $\Lambda_p(k, \mu_\sigma)$ называется диаграммой пластичности [18].

Цель данной работы – построение диаграммы предельной пластичности исследуемой стали группы прочности X80. В дальнейшем, промоделировав процесс нагружения трубопровода и воспользовавшись диаграммой пластичности, можно оценить поврежденность материала трубопровода. Также возможно сравнение деформационных свойств различных материалов путем сравнения их диаграмм пластичности.

2. Материал и методика

В качестве материала для исследования использовалась низкоуглеродистая сталь группы прочности X80, содержащая 0,07% C, ~ 2%Mn с содержанием $V+Nb+Ti \geq 0,15\%$. Данная сталь применяется для сварных труб большого диаметра (1420 мм) с толщиной стенки 27,7 мм, изготовленных из листа, полученного по режиму контролируемой прокатки с ускоренным охлаждением. Для определения механических свойств стали проводились испытания пятикратных цилиндрических образцов диаметром 5 мм на растяжение на испытательной установке INSTRON 8801. Скорость испытания составила 1 мм/мин. Сопротивление деформации σ_S до момента начала образования шейки определяли по формуле:

$$\sigma_S = \frac{P}{F}, \quad (3)$$

где P – текущее усилие нагружения; F – текущая площадь поперечного сечения образца. После образования шейки сопротивление деформации определяли с учетом поправки Давиденкова–Спирidonовой на трехосность напряженного состояния в шейке [27]:

$$\sigma_S = \frac{P}{F\left(1 + \frac{d}{8R}\right)}, \quad (4)$$

где d/R – безразмерный параметр, характеризующий форму шейки образца; d – текущий минимальный диаметр образца; R – текущий минимальный радиус кривизны образующей в шейке. Величины d и R определяли в процессе испытания при помощи бесконтактного оптического комплекса для анализа формы, полей перемещений и деформаций StrainMaster.

Величину степени деформации ε при растяжении определяли по формуле:

$$\varepsilon = 2\ln(d_0/d), \quad (5)$$

где d_0 – начальный диаметр образца. По результатам расчетов кривая упрочнения была аппроксимирована степенной зависимостью

$$\sigma_S = 580 + 412\varepsilon^{0,37} \text{ (МПа)}. \quad (6)$$

Для определения функции $\Lambda_p = \Lambda_p(k, \mu_\sigma)$ были проведены испытания на растяжение гладких цилиндрических образцов и цилиндрических образцов с выточкой, испытания на растяжение и сжатие образцов типа «колокольчик», выдавливание мембран. Исследования выполняли на испытательной установке INSTRON 8801. Скорость испытания составила 1 мм/мин. Использование различных видов испытаний позволяет в достаточно широком диапазоне варьировать показатель напряженного состояния k и показатель Лоде-Надаи μ_σ .

3. Результаты и обсуждение

3.1 Испытания на растяжение цилиндрических образцов

На данном этапе исследований проведены испытания на растяжение гладких цилиндрических образцов и образцов с выточкой. В данном виде испытаний показатель $\mu_\sigma = -1$ на протяжении всего процесса испытания.

Гладкие цилиндрические образцы имели следующие размеры: длина рабочей части $25 \pm 0,1$ мм; диаметр рабочей части $5 \pm 0,06$ мм. Диаметр образцов с выточкой соответствовал 8 мм, радиус выточки в продольном направлении $2,5 \pm 0,06$ мм, диаметр в месте выточки $5 \pm 0,06$ мм.

Изменение показателя k при растяжении рассчитывали по формуле [20]:

$$k = \frac{1}{\sqrt{3}} \left(1 + \frac{3}{4} \frac{d}{R} \right). \quad (7)$$

Значения текущего диаметра d и продольного радиуса выточки R в процессе испытания определяли при помощи бесконтактного оптического комплекса StrainMaster. В результате были получены зависимости изменения показателя напряженного состояния k в процессе испытания вплоть до разрушения (рис. 1). Предельная степень деформации сдвига Λ при разрыве гладкого образца составила 2,25, а образца с выточкой – 2,04.

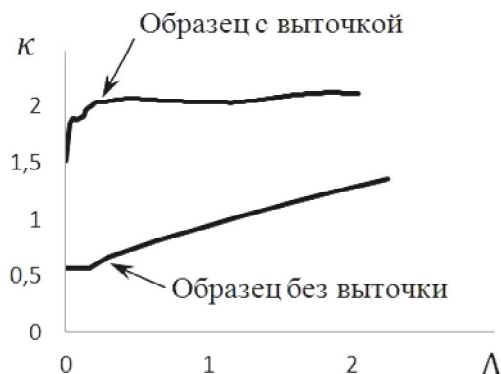


Рис. 1. Изменение показателя напряженного состояния k в процессе деформации цилиндрических образцов

3.2 Испытания на растяжение и сжатие образцов типа «колокольчик»

Известно, что существует определенная проблема исследования пластичности при постоянном показателе $\mu_\sigma = 0$. Для исследований могут использоваться испытания на кручение цилиндрических образцов. Однако этот вид испытаний не позволяет варьировать величину показателя напряженного состояния k . Получить значения показателя k в отрицательном интервале значений можно путем приложения к образцу высоких гидростатических давлений [20]. Техника высоких давлений достаточно сложна в эксплуатации. В работе [11] предложен образец, позволяющий производить испытания в широком диапазоне изменения показателя напряженного состояния при постоянном показателе $\mu_\sigma = 0$. Для испытаний образца необходимо использовать испытательную машину сложной конструкции с двумя исполнительными органами.

Поэтому был предложен образец типа «колокольчик» (рис. 2 а), позволяющий в широком диапазоне варьировать значения показателя напряженного состояния k при неизменном показателе $\mu_\sigma = 0$. В случае испытаний данного вида образцов на растяжение в месте разрушения преобладают растягивающие напряжения, в случае испытаний на сжатие – сжимающие. Разрушенные образцы показаны на рис. 2 б и 2 в (для наглядности образцы разделены вдоль оси симметрии).

Напряженно-деформированное состояние в образце оценивалось по результатам моделирования процесса испытаний методом конечных элементов с использованием пакета ANSYS v. 14.0. Расчеты выполнялись на вычислительном кластере «Уран» института ИММ УрО РАН. Для материала образца принималась изотропная упруго-пластическая модель деформационного упрочнения. Расчеты были выполнены в предположении осесимметричного деформированного состояния в очаге деформации, поэтому моделировалась только половина продольного сечения образца.

На рис. 3 приведено распределение эквивалентных пластических деформаций ε_{eq} по сечению образца в процессе испытаний на растяжение и сжатие к моменту разрушения. Величину ε_{eq} рассчитывали по формуле

$$\varepsilon_{eq} = \sum_n (d\varepsilon_{eq})_n, \quad (8)$$

где $d\varepsilon_{eq} = \left(\frac{2}{3} d\varepsilon_{ij} d\varepsilon_{ij}\right)^{1/2}$, n – количество шагов расчета.

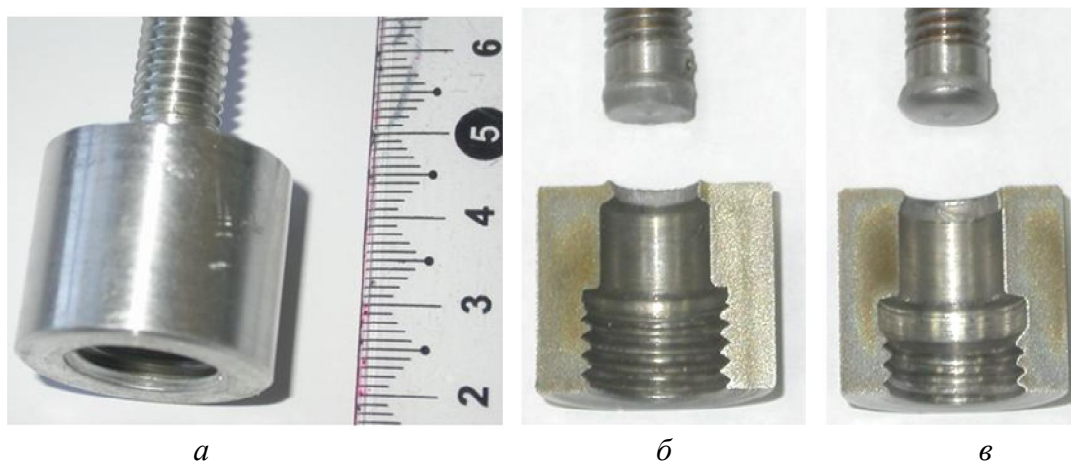


Рис. 2. Образец типа «колокольчик»: а – до испытания; б – после испытания на растяжение; в – после испытания на сжатие

По результатам моделирования установлено, что в месте разрушения величина показателя $\mu_\sigma = 0$ и практически не изменяется на протяжении всего процесса деформирования. Изменение показателя k в процессе испытаний вплоть до момента разрушения представлено на рис. 4. Данные на рис. 4 были получены в местах разрушения (см. рис. 3). Адекватность результатов моделирования оценивалась путем сравнения расчетного усилия деформирования, с экспериментальными данными. Отклонение расчетных и экспериментальных данных не превышало 7 %. Значение предельной деформации сдвига Λ в месте разрушения для испытания на растяжение составило 1,74, а для испытания на сжатие – 3,44.

3.3 Выдавливание мембран

Для проведения испытаний был разработан образец (рис. 5) и оснастка к испытательной машине INSTRON 8801. Для снижения трения между образцом и деформирующим инструментом в доньшке образца имеется углубление, в которое помещается смазка в виде порошкообразного графита. Перед началом испытаний образец 1 устанавливается на опору 2 (рис. 6). Сверху образец зажимается крышкой 3. В случае, когда необходимо проводить испытания в условиях преобладающих сжимающих напряжений, под мембраной устанавливался изготовленный из материала мембраны подпор 4, который также деформируется в процессе испытания. Снизу подпор поджимается винтом 5. В качестве деформирующего инструмента использовался шарик 6 диаметром 9,5 мм. Деформирующее усилие на шарик передавалось через пуансон 7, установленный в захвате испытательной машины. Испытания проводились до появления трещины на образце (рис. 7). При испытаниях с подпором разрушение мембраны происходило не в центре, а на некотором расстоянии от него (рис. 8).

Напряженно-деформированное состояние в мембране оценивали по результатам тематического моделирования процесса методом конечных элементов в пакете ANSYS.

Деформирующий инструмент (шарик) в модели принимали как абсолютно жесткое тело. Для деформируемого материала мембраны и подпорки принимали изотропную упруго-

пластическую модель деформационного упрочнения. Расчеты были выполнены в предположении осесимметричного деформированного состояния в очаге деформации, поэтому моделировали только половину сечения образца и подпорки.

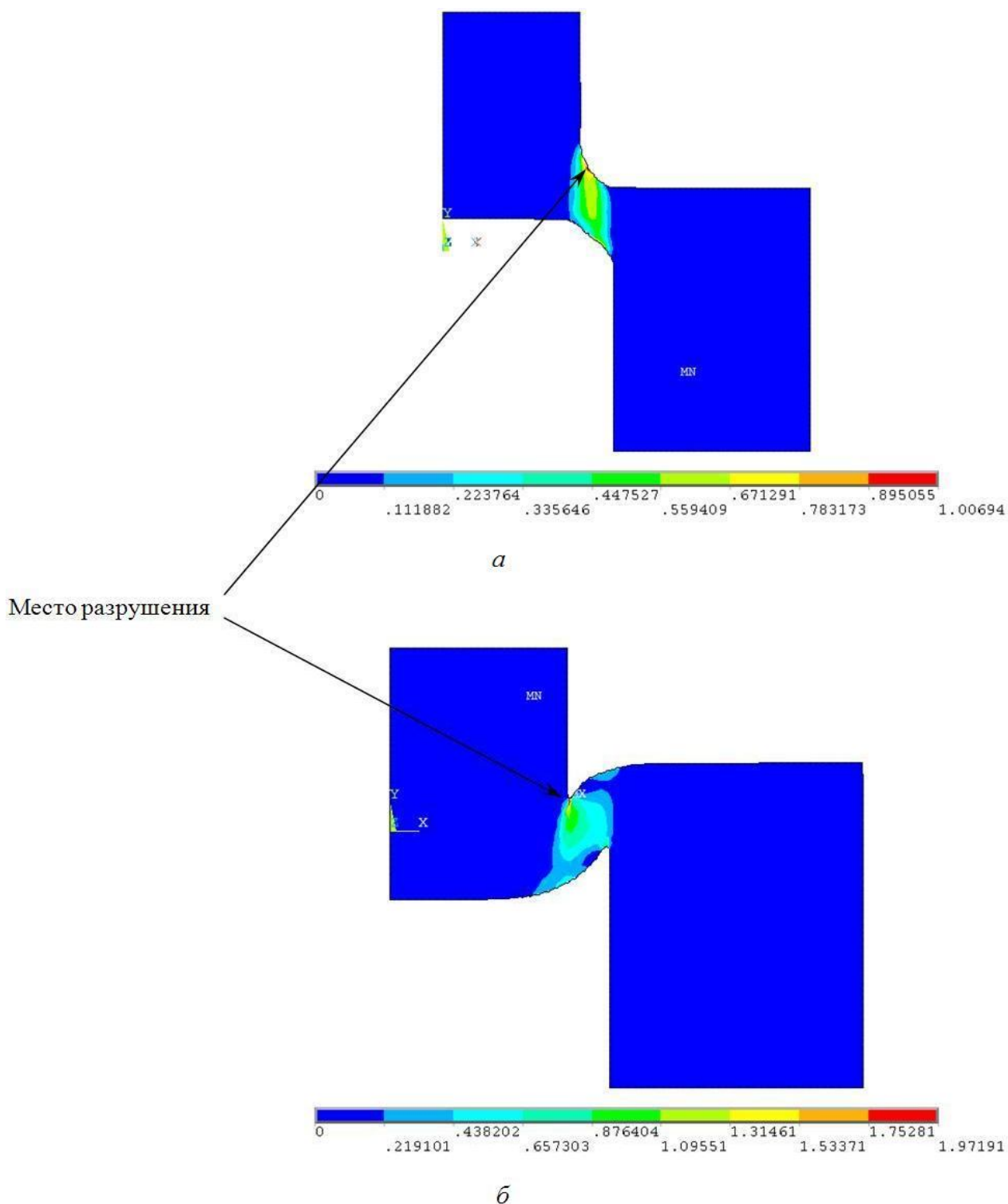


Рис. 3. Распределение эквивалентных пластических деформаций по сечению образца при испытаниях на растяжение (*a*) и на сжатие (*б*).

На контактных поверхностях напряжения трения описывали, используя закон трения А.Н. Леванова [28]:

$$\tau = K_{\Pi} \frac{\sigma_s}{\sqrt{3}} \left[1 - \exp(-1,25) \frac{p}{\sigma_s} \right], \quad (9)$$

где K_{Π} - фактор трения; p - нормальное контактное давление; σ_s - сопротивление деформации в приконтактном слое. Закон трения А.Н. Леванова был выбран в связи с тем, что закон трения Амонтона–Кулона, используемый в ANSYS, завышает напряжения трения в условиях значительных контактных давлений. Эти условия возникают при выдавливании мембран с противодавлением. Закон трения А.Н. Леванова является обобщением законов Амонтона–Кулона и Зибеля.

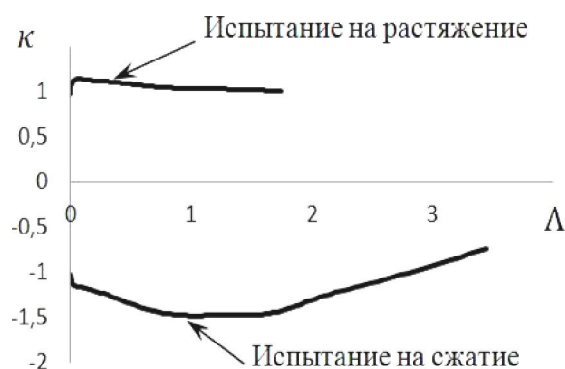


Рис. 4. Изменение показателя напряженного состояния k в процессе деформации образцов типа «колокольчик»

При низких контактных давлениях напряжения трения по А.Н. Леванову близки к напряжениям трения по Амонтону–Кулону, а при высоких контактных давлениях – по Зибелю. Задание закона трения (9) осуществляли с помощью пользовательской подпрограммы USERFRIC. Фактор трения $K_{\Pi} = 0,05$ определяли в соответствии с методикой [28] по бочкообразованию цилиндрических образцов при осадке.

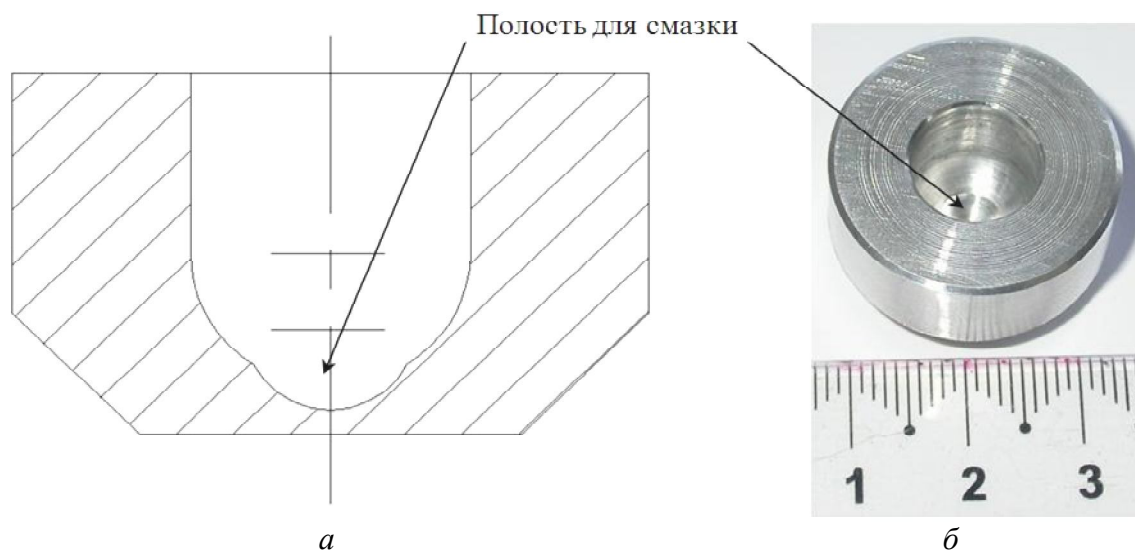


Рис. 5. Образец «мембрана»: а – продольное сечение; б – натурный образец

На рис. 9 приведено распределение эквивалентных пластических деформаций по сечению образца к моменту разрушения. По результатам моделирования было установлено из-

менение показателей k и μ_σ (рис. 10) для участков образцов, где в испытаниях было зафиксировано возникновение трещины. Адекватность полученных при моделировании результатов оценивалась путем сравнения усилия деформирования, полученного при моделировании с экспериментальными данными. Отклонение расчетных и экспериментальных данных не превышает 8 %. Значение предельной деформации сдвига Λ в месте разрушения для испытания на выдавливание мембраны без подпора составило 1,41, а для испытания на выдавливание с подпором – 2,32.

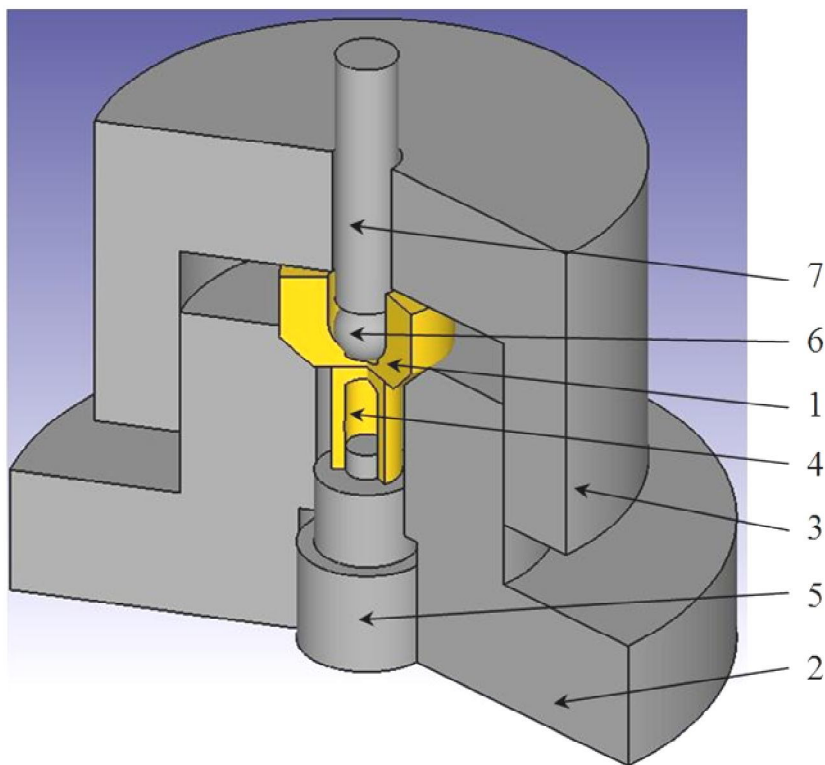


Рис. 6. Схема оснастки для выдавливания мембран

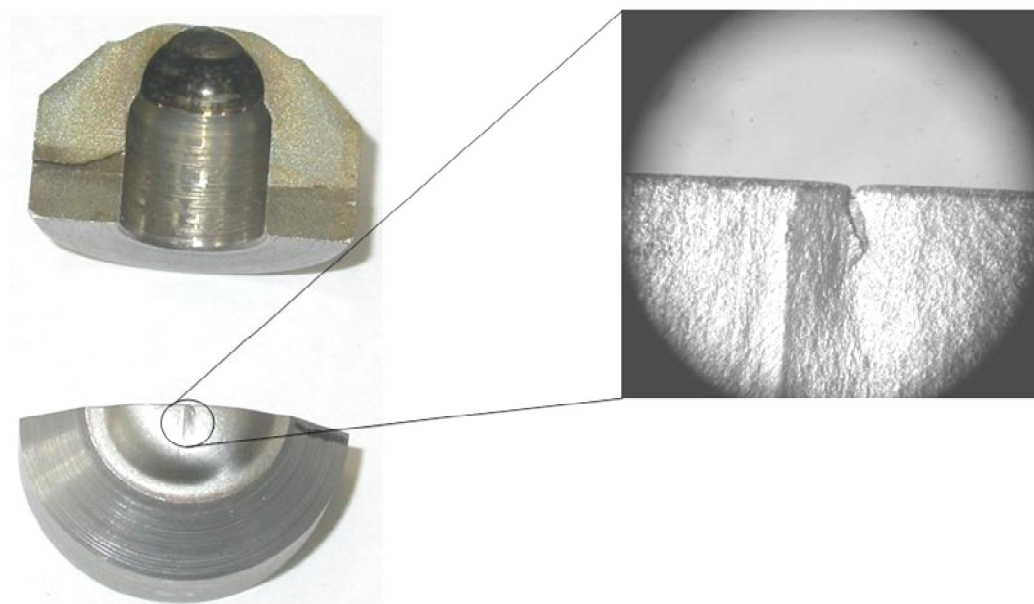


Рис. 7. Образец после испытаний без подпора

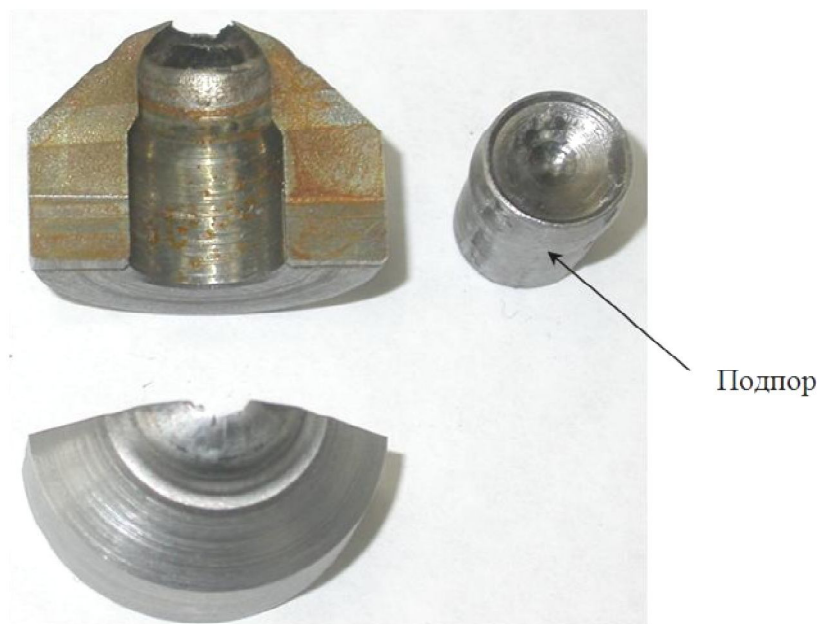


Рис. 8. Образец после испытаний с подпором

3.4 Идентификация диаграммы пластичности

Функция, определяющая диаграмму пластичности, в общем случае зависит от двух показателей – k и μ_σ и может быть аппроксимирована формулой [19]:

$$\Lambda_p = a_0(k) + a_1(k) \cdot \mu_\sigma + a_2(k) \cdot \mu_\sigma^2, \quad (10)$$

где $a_0(k)$, $a_1(k)$, $a_2(k)$ – неизвестные функции от показателя напряженного состояния k , которые зависят от свойств конкретного обрабатываемого материала.

При постоянных, на протяжении всего процесса деформирования, значениях показателя $\mu_\sigma = -1; 0; +1$ формула (10) может быть записана в виде:

$$\begin{aligned} \Lambda_{p-1} &= a_0(k) - a_1(k) + a_2(k), \\ \Lambda_{p0} &= a_0(k), \end{aligned} \quad (11)$$

$$\Lambda_{p+1} = a_0(k) + a_1(k) + a_2(k).$$

Опыт проведенных ранее исследований [19, 20, 29] показал, что при фиксированных значениях показателя μ_σ зависимость Λ_p хорошо описывается функцией:

$$\Lambda_p = \alpha \cdot \exp(\beta \cdot k), \quad (12)$$

где α и β – эмпирические коэффициенты. При постоянных за процесс значениях показателя $\mu_\sigma = -1; 0; +1$, формулу (12) запишем в виде:

$$\begin{aligned}\Lambda_{p-1} &= \alpha_1 \cdot \exp(\beta_1 \cdot k), \\ \Lambda_{p_0} &= \alpha_2 \cdot \exp(\beta_2 \cdot k), \\ \Lambda_{p+1} &= \alpha_3 \cdot \exp(\beta_3 \cdot k).\end{aligned}\quad (13)$$

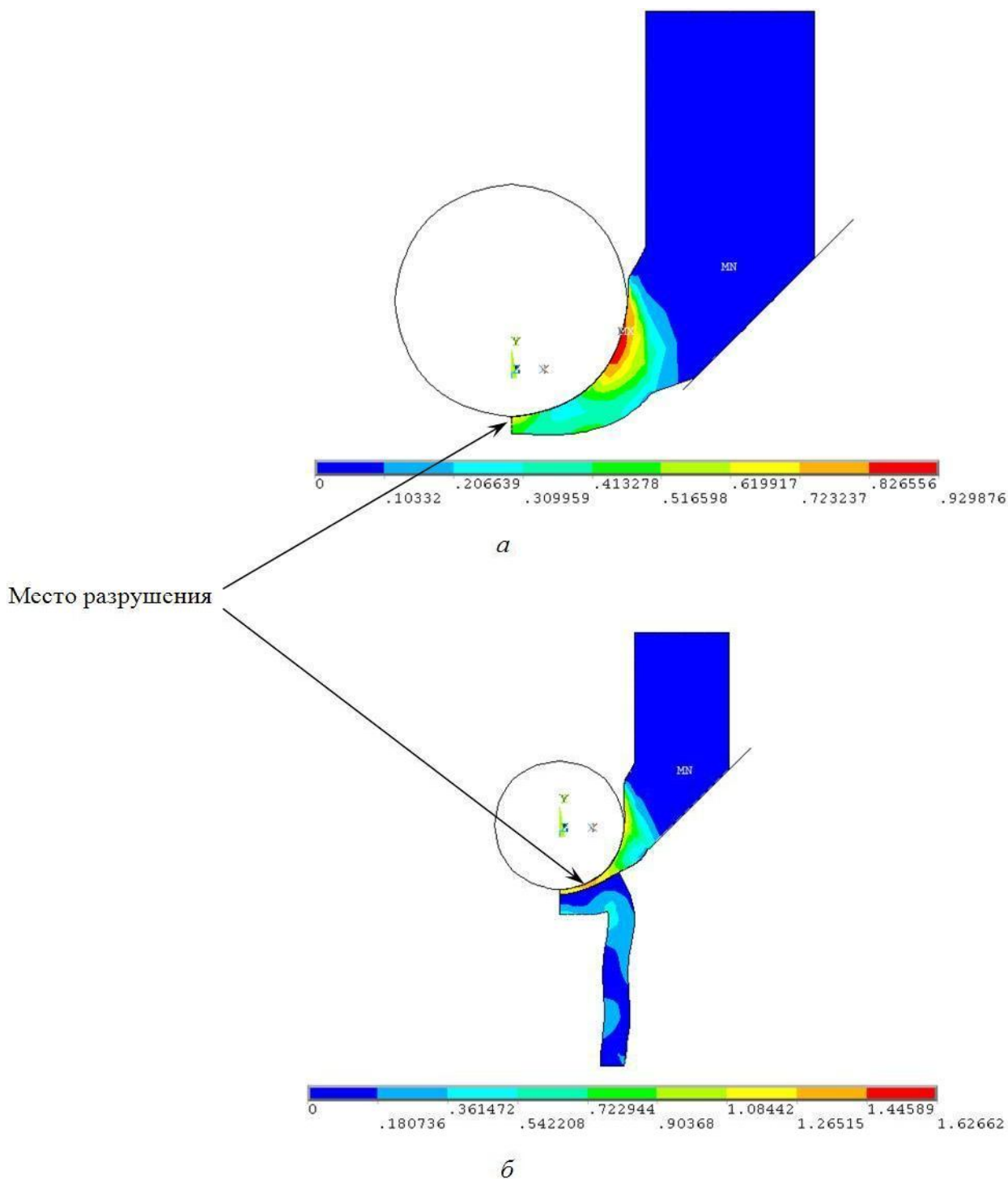


Рис. 9. Распределение эквивалентных пластических деформаций по сечению образца при выдавливании мембраны без подпора (*a*) и с подпором (*б*)

Подставив правые части уравнений (13) в уравнения (11), получим систему уравнений:

$$\begin{aligned}\alpha_1 \cdot \exp(\beta_1 \cdot k) &= a_0(k) - a_1(k) + a_2(k), \\ \alpha_2 \cdot \exp(\beta_2 \cdot k) &= a_0(k), \\ \alpha_3 \cdot \exp(\beta_3 \cdot k) &= a_0(k) + a_1(k) + a_2(k).\end{aligned}\quad (14)$$

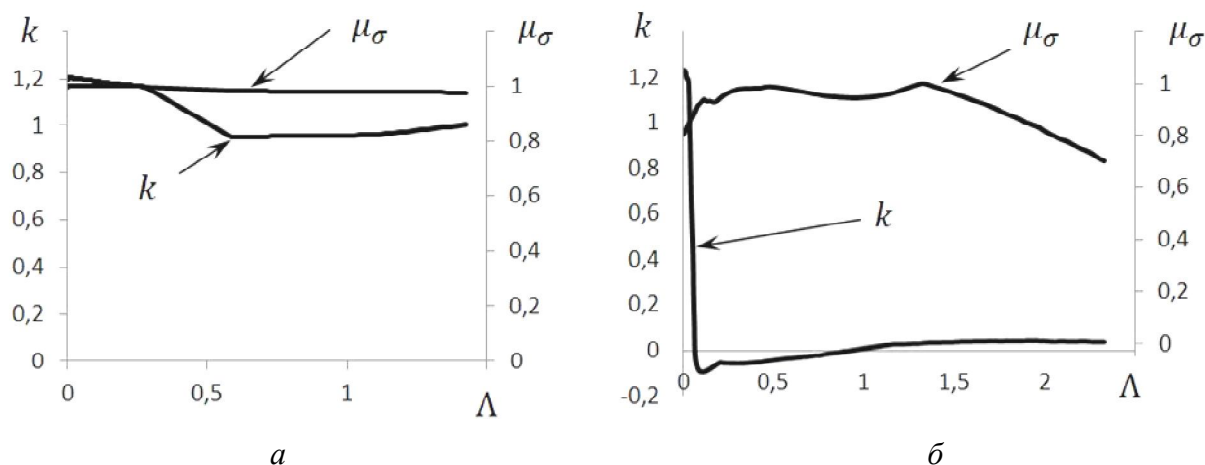


Рис. 10. Изменение показателей k и μ_σ в процессе выдавливания мембраны без подпора (а), выдавливания мембраны с подпором (б)

Решая систему уравнений (14), выразим функции $a_0(k)$, $a_1(k)$ и $a_2(k)$ через эмпирические коэффициенты α_1 , α_2 , α_3 , β_1 , β_2 , β_3 :

$$a_0(k) = \alpha_2 \cdot \exp(\beta_2 \cdot k),$$

$$a_1(k) = \alpha_3 \cdot \exp(\beta_3 \cdot k)/2 - \alpha_1 \cdot \exp(\beta_1 \cdot k)/2, \quad (15)$$

$$a_2(k) = \alpha_3 \cdot \exp(\beta_3 \cdot k)/2 + \alpha_1 \cdot \exp(\beta_1 \cdot k)/2 - \alpha_2 \cdot \exp(\beta_2 \cdot k).$$

Подставив формулы (15) в уравнение (10), окончательно получим

$$\begin{aligned}\Lambda_p &= \alpha_2 \cdot \exp(\beta_2 \cdot k) + \left(\alpha_3 \cdot \frac{\exp(\beta_3 \cdot k)}{2} - \alpha_1 \cdot \frac{\exp(\beta_1 \cdot k)}{2} \right) \cdot \mu_\sigma + \\ &+ \left(\alpha_3 \cdot \frac{\exp(\beta_3 \cdot k)}{2} + \alpha_1 \cdot \frac{\exp(\beta_1 \cdot k)}{2} - \alpha_2 \cdot \exp(\beta_2 \cdot k) \right) \cdot \mu_\sigma^2.\end{aligned}\quad (16)$$

Неизвестные коэффициенты α_1 , α_2 , α_3 , β_1 , β_2 , β_3 , входящие в формулу (16), определяли путем минимизации функционала квадратичных отклонений значений поврежденности ω от значения условия разрушения $\omega = 1$, рассчитанных для всех шести видов испытаний:

$$\sum_{i=1}^6 (1 - \omega_i)^2 \rightarrow \min, \quad (17)$$

где i – номер испытанного образца. Результаты испытаний приведены на рис. 1, 4 и 10. Поврежденность ω_i рассчитывали по формуле (1). Варьирование неизвестных коэффициентов, входящих в формулу (16), осуществляли методом Хука – Дживса [30]. Для исключения попадания в локальный минимум функционала квадратичных отклонений (17) выбирали не одну начальную точку поиска, а некоторое их множество. Для каждой начальной точки поиска выполняли процедуру метода Хука – Дживса. При этом начальные значения неизвестных коэффициентов варьировали в интервале от -5 до 5 с шагом $0,5$. В результате получили значения неизвестных коэффициентов $\alpha_1 = 2,46$; $\alpha_2 = 2,38$; $\alpha_3 = 2,376$; $\beta_1 = -0,089$; $\beta_2 = -0,29$; $\beta_3 = -0,678$.

На рис. 11 изображена диаграмма пластичности стали группы прочности X80. Диаграмма позволяет оценивать пластичность исследуемых материалов во всем интервале изменения показателя Лоде – Надаи. Из диаграммы видно, что пластичность стали неоднозначно зависит от вида напряженного состояния: в области растягивающих напряжений ($k > 0$) сталь наиболее пластична при деформации по схеме осесимметричного растяжения ($\mu_\sigma = -1$), а в области сжимающих напряжений ($k < 0$) – при испытаниях на срез и выдавливание мембран. Этот факт свидетельствует о том, что стандартные испытания на растяжение ($\mu_\sigma = -1$) и ударную вязкость ($\mu_\sigma = 0$) не позволяют адекватно оценить деформационную способность стали при всем разнообразии возможных условий работы магистрального трубопровода. Построение полной диаграммы пластичности позволяет значительно расширить сведения о деформационной способности материала.

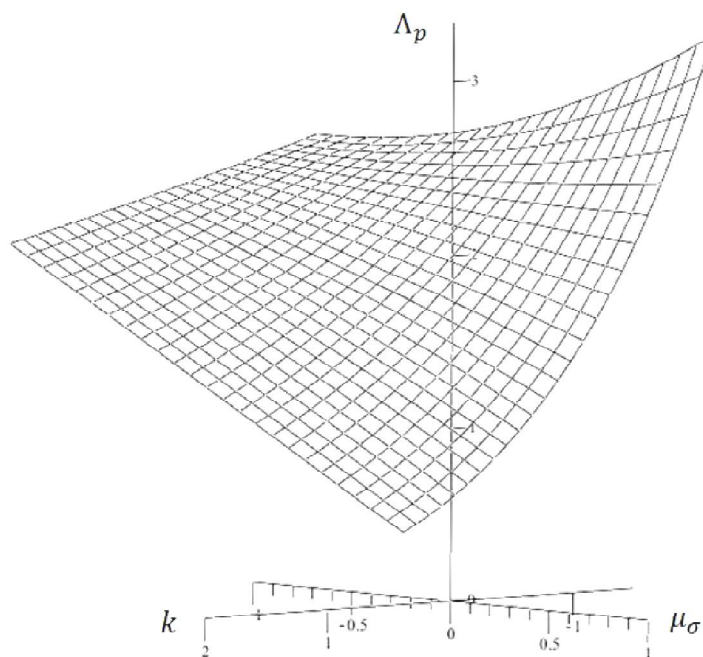


Рис. 11. Диаграмма пластичности стали группы прочности X80

3.5 Возможное применение результатов исследования

Покажем возможность использования полученной диаграммы пластичности на примере моделирования процесса ненормативного перемещения трубопровода [31]. Рассмотрен речной подводный участок магистрального трубопровода. Под воздействием различных природных факторов (подвижки и эрозия речного дна, размыв русла ит.п.) произошло размывание подводного трубопровода, в результате чего участок трубы оказался полностью в

воде. При этом трубопровод всплыл под действием выталкивающей силы воды (рис. 12). Стрела арки подъема трубы достигла порядка 1000 мм. Моделирование осуществляли методом конечных элементов. Для материала трубы принимали изотропную упруго-пластическую модель деформационного упрочнения. В результате моделирования получено распределение поврежденности по сечению трубы (рис. 13), рассчитанной по формуле (1). В процессе деформирования на нижней стенке трубы образовалась складка, подобное явление наблюдалось в реальных экспериментах на изгиб трубы, выполненных в работе [32]. Видно, что после деформации трубопровода (даже с образованием складки) поврежденность по толщине стенки трубы имеет достаточно низкие значения, т.е. подобные деформации трубопровода не приводят к его разрушению. Аналогичные выводы сделаны в работе [31].

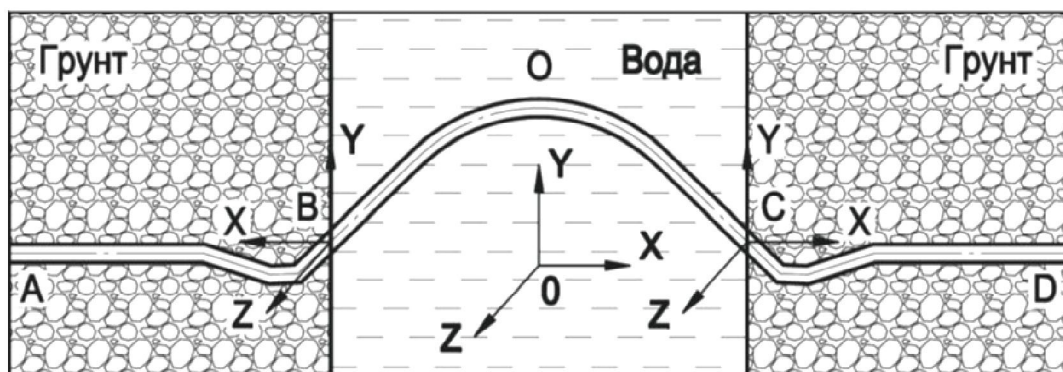


Рис. 12. Схема расположения трубопровода [31]

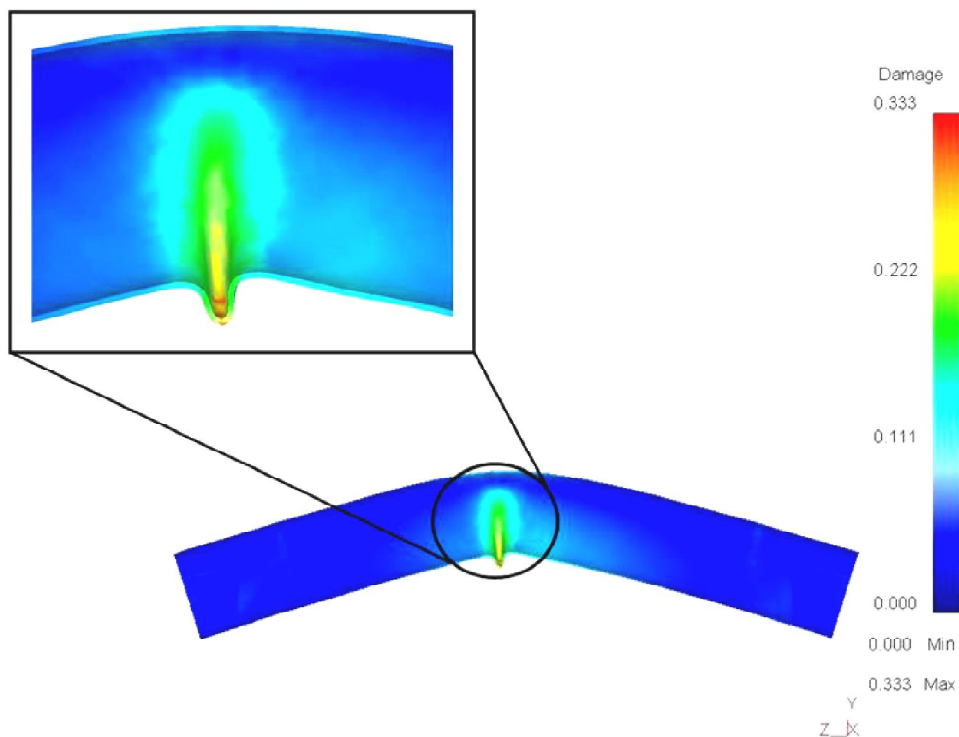


Рис. 13. Распределение поврежденности по сечению трубы магистрального трубопровода

4. Заключение

Полученная диаграмма пластичности может быть использована для оценки ресурса пластичности стали группы прочности X80 в условиях сложного напряженно-деформированного состояния при экстремальных нагрузках магистральных трубопроводов.

Работа выполнена в соответствии с совместным проектом с СО РАН № 12-С-1-1030. Испытания проведены на оборудовании Центра коллективного пользования ИМАШ УрО РАН.

Литература

1. Obtaining high-quality properties of rolled material for large-diameter pipes based on formation of ferrite-bainite microstructure / Yu. D. Morozov, S. Yu. Nastich, M. Yu. Matrosov, O. N. Chevskaya // *Metallurgist*. – 2008. – Vol. 52, no 1-2. – P. 21–28.
2. Arabey A. B. Requirements on the metal in gas pipelines // *Steel in translation*. – 2010. – Vol. 40, no 7. – P. 601–608.
3. Failure of pipe steel of X80 (K65) strength class / A. B. Arabey, I. Yu. Pyshmintsev, V. M. Farber, V. A. Khotinov, A. O. Struin // *Steel in translation*. – 2012. – Vol. 42, no 3. – P. 212–218.
4. Микроструктура и дисперсные фазы в высокопрочных сталях газопроводных труб большого диаметра / А. Б. Арабей, В. М. Фарбер, И. Ю. Пышминцев, А. Г. Глебов, О. В. Селиванова, Н. В. Лежнин // *Наука и техника в газовой промышленности*. – 2011. – № 4. – С. 86–91.
5. Организация комплексных исследований отечественных труб для новых магистральных газопроводов нового поколения / В. В. Русакова, Т. П. Лобанова, А. Б. Арабей, И. Ю. Пышминцев и др. // *Наука и техника в газовой промышленности*. – 2009. – № 1. – С. 17–21.
6. Structure and properties of low – carbon pipe steel after pneumatic testing / I. Y. Pyshmintsev, A. N. Maltseva, A. M. Gervasev, M. A. Smirnov, A. V. Korznikov // *Steel in translation*. – 2011. – Vol. 41, no 2. – P. 157–164.
7. Bridgman P. W. *Studies in large plastic flow and fracture*. – McGraw-Hill, 1952. – 362 p.
8. Atkins A. G. *Fracture in forming* // *Journal of Materials Processing Technology*. – 1996. – Vol. 56. – P. 609–618.
9. Губкин С. И. *Деформируемость металлов*. – М.: Metallurgizdat, 1953. – 199 с.
10. Смирнов - Аляев Г. А., Розенберг В. М. *Теория пластических деформаций металлов*. – М.: Машгиз, 1956. – 367 с.
11. Bao Y., Wierzbicki T. On fracture locus in the equivalent strain and stress triaxiality space // *International Journal of Mechanical Sciences*. – 2004. – Vol. 46, iss. 1. – P. 81–98.
12. Experimental characterization and numerical modeling of micromechanical damage under different stress states / M. Achouri, G. Germain, P. Dal Santo, D. Saidane // *Materials and Design*. – 2013. – Vol. 50. – P. 207–222.
13. Wierzbicki T., Xue L. On the effect of the third invariant of the stress deviator on ductile fracture // *Impact & Crashworthiness Laboratory*. – 2005. – Report 136.
14. Smirnov S. V. Accumulation and healing of damage during plastic metal forming: simulation and experiment // *Key Engineering Materials*. – 2013. – Vol. 528. – P. 61–69.
15. Magnetic methods for estimation of load and damage levels in X70 steel / E. S. Gorkunov, S. Yu. Mitropolskaya, D. I. Vichuzhanin, E. A. Tueva // *Physical Mesomechanics*. – 2011. – Vol. 14, iss. 1–2. – P. 85–93.
16. Качанов Л. М. О времени разрушения в условиях ползучести // *Доклады Академии наук СССР, серия ОТН*. 1958. – № 8. – С. 67–75.
17. Работнов Ю. Н. *Вопросы прочности материалов и конструкций*. – М.: АН СССР, 1959. – 120 с.
18. Колмогоров В. Л. *Напряжения, деформации, разрушение*. – М.: Metallurgiya, 1970. – 229 с.

19. Богатов А. А., Мижирицкий О. И., Смирнов С. В. Ресурс пластичности металлов при обработке давлением. – М.: Металлургия, 1984. – 144 с.
20. Смирнов С. В., Швейкин В. П. Пластичность и деформируемость углеродистых сталей при обработке давлением. – Екатеринбург: УрО РАН, 2009. – 256 с.
21. Cockcroft M. G., Latham D. J. Ductility and the workability of metals // Journal of the Institute of Metals. – 1968. – Vol. 96. – P. 33–39.
22. Gurson A. L. Continuum theory of ductile rupture by void nucleation and growth: Part I. Yield criteria and flow rules for porous ductile media // Journal of Engineering Materials and Technology. – 1977. – Vol. 99. – P. 2–15.
23. Johnson G. R., Cook W. H. Fracture characteristics of three metals subjected to various strains, strain rates, temperatures and pressures // Engineering Fracture Mechanics. – 1985. – Vol. 21 (1). – P. 31–48.
24. Lemaitre J. A Course on Damage Mechanics. – Berlin: Springer-Verlag, 1992. – 44 p.
25. Bai Y., Wierzbicki T. A new model of metal plasticity and fracture with pressure and Lode dependence // International Journal of Plasticity. – 2008. – Vol. 24, iss. 6. – P. 1071–1096.
26. Bammann D. J., Solanki K. N. On kinematic, thermodynamic, and kinetic coupling of a damage theory for polycrystalline material // International Journal of Plasticity. – 2010. – Vol. 26, iss. 6. – P. 775–793.
27. Davidenkov N. N., Spiridonova N. I. Mechanical methods of testing analysis of the state of stress in the neck of a tension test specimen // Proc. ASTM. – 1946. – Vol. 46. – P. 1147.
28. Контактное трение в процессах обработки металлов давлением / А. Н. Леванов, В. Л. Колмогоров, С. П. Буркин и др. – М.: Металлургия, 1976. – 416 с.
29. Smirnov S. V., Domilovskaya T. V., Bogatov A. A. In: Advanced Methods in Materials Processing Defects, by M. Predeleanu and P. Gilormini // Elsevier Science B.V. – 1997. – P. 71–80.
30. Hooke R., Jeeves T. A Direct Search Solution of Numerical and Statistical Problems // Journal of the ACM. – 1961. – Vol. 8. – P. 212–229.
31. Исламгалева Л. Ф., Зарипов Р. М. Влияние степени обводнения грунта прилегающих подземных участков на напряженно - деформированное состояние подводного газопровода [Электронный ресурс] // Электронный научный журнал «Нефтегазовое дело». – 2011. – № 6. – С. 116–129. URL: http://www.ogbus.ru/authors/Islamgaleeva/Islamgaleeva_1.pdf (дата обращения: 21.07.2014).
32. Suzuki N., Kondo J., Shimamura J. Strain Capacity of High – Strength Line Pipes // JFE Technical Report. – 2008. – no. 12. – P. 20–26.

NANOPARTICULATE ZIRCONIA-MODIFIED SOLID SOLUTIONS OF ALUMINUM-IRON OXIDES FOR POLISHING TITANIUM METAL

L. F. Koroleva^{1*}

¹ *Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation*

*Corresponding author. E-mail: lq@imach.uran.ru; address for correspondence: ul. Komsomolskaya 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation. Tel.: +7 (343) 374-18-53; fax: +7 (343) 374-53-30

A synthesis mechanism of nanoparticulate zirconia-modified $\text{Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ solid solutions has been studied with the application of X-ray diffraction, IR spectroscopy, DTA, particle-size analysis and chemical analysis. The solid solutions have been prepared via heat treatment of ammonium hydroxycarbonate complexes. The nanoparticles are shown to consist of crystalline rhombohedral $\alpha\text{-Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$, monoclinic and tetragonal (M- ZrO_2 and T- ZrO_2). The synthesized mixed oxide offers a high polishing ability (3 to 4.5 times as high), as demonstrated in polishing of titanium, and ensures surface roughness values R_a ranging between 0.019 and 0.009 μm .

Keywords: aluminum-iron oxides, zirconia, X-Ray diffraction, polishing, titanium, nano-roughened surface.

1. Introduction

For the development of precision engineering and electronics, it is necessary to obtain the surface of various metals and non-metals with minimum roughness R_a , for example, less than 0.005 μm . For this purpose, surface processing is applied, with the last stage being final polishing with the use of abrasive nanodispersed materials, such as natural and synthetic nanodiamond powders, boron or silicon carbides, cubic boron nitride and ultradispersed powders based on aluminum oxide (corundum) and silicon dioxide with a granularity ranging between 0.01 to 0.3 and 6 to 10 μm [1-10].

When ultradispersed nanodiamonds, corundums, silicon carbides, boron carbides or nitrides are used, i.e. abrasive materials with high hardness, polishing is primarily a mechanical process of roughness microcutting and relief smoothing. It should be taken into consideration that the polishing process is long and multistage. Final polishing is usually performed 3 to 5 times, with a consistent reduction in the grit of abrasive slurries used in preliminary operations, finishing and fine finishing.

The mechanical polishing process is a complex interaction among the material being processed, the pad and the abrasive particles. Exploring the mechanism of polishing of different metals with nanodispersed abrasives, one cannot but state that it is governed by a mechanical impact on the surface with the formation of new solid phases at the interface, that is, with a chemical process. According to many authors, productive abrasive materials for final polishing of metals include medium hardness abrasives based on transition metal oxides or their solid solutions [11-15].

For final polishing, promising is the development of the synthesis of nanodispersed tribochemical active abrasive materials on the basis of solid solutions of transition element oxides. The application of nanodispersed tribochemical active abrasive materials based on solid solutions of aluminum-iron oxides with the crystal structure of corundum and hematite reduces the number of finishing operations of polishing with the view of obtaining a nano-roughened surface as a result of changing from mechanical polishing to mechanical-chemical polishing. As a result of the use of these materials, a nano-roughened surface is achieved for hardened solid steels, non-ferrous metals (particularly, aluminum) and their alloys [16, 17].

A challenge is to produce a nano-roughened surface of titanium and its alloys. The most widely used methods include electrochemical polishing of titanium. However, the achieved surface roughness is R_a -0.25 0.20 μm [18].

The mirror surface of pure titanium and titanium alloys, with R_a less than 0.1 μm , is known to be achievable by using abrasive Al_2O_3 grains for intensive mechanical polishing, the contact pressure being 0.1 and 0.4 MPa [19].

The ratio between the microhardness of the material being polished and that of the abrasive material is significant in the processes of polishing. Thus, the microhardness H_v of titanium is 1800 MPa. For mechanical-chemical polishing to be feasible, i.e. with chemical reactions in the near-surface layer, the ratio between the microhardness of the material to be polished and that of the abrasive material must not exceed 1.8. Therefore the use of complex oxides of aluminum and iron, with the hardness H_v of 1650 to 1700 MPa, was proposed for polishing titanium and its alloys [20].

Various techniques of fabricating nanosized particles of powders based on aluminum oxide are known, for instance, synthesis by pulse heating, hydroxide sol-gel deposition with subsequent thermal treatment, self-propagating high-temperature synthesis (SHS), or mechanical-chemical methods [21–26].

However, complex aluminum-iron oxides are less effective for final polishing of such materials as titanium and its alloys. Polishability can be increased by modifying complex aluminum-iron oxides with, e.g., zirconium oxides. It has long been recognized that the polymorphism of zirconium oxide can be tuned by doping with Y^{3+} , Yb^{3+} , Ca^{2+} , Ce^{4+} , etc., yttrium (III) being widely used as a stabilizer of the tetragonal phase. The monoclinic phase was retained when yttrium oleate was added in the ripening stage of monoclinic ZrO_2 . Therefore ion doping must occur during the ZrO_2 nucleation and growth stages [27–32].

Promising is a solid phase method for synthesizing solid aluminum-iron solutions obtained by heat treatment of hydroxy-complexes like $\text{M}^{2+}_{1-x}\text{M}^{3+}_x(\text{OH})_2(\text{X}^{n-})_{x/n} \cdot m\text{H}_2\text{O}$. The structure of these compounds is composed of positively charged hydroxide layers $[\text{M}_{1-x}^{2+}\text{M}_x^{3+}(\text{OH})_2]^{x+}$ and anions X^{n-} . The necessary bond structure is formed in the first stage, namely, the deposition and formation of hydroxy-complex. A significant advantage of this method is unrestricted variation of the atomic ratio of the elements during deposition. In total, the formation of intermediate complex compounds of hydroxycarbonates followed by thermohydrolysis yields qualitatively new functional properties.

This work studies the synthesis of zirconia-modified complex aluminum-iron oxides proposed as an abrasive material for final polishing of titanium and its alloys.

2. Experimental Procedure

The solid solutions of aluminum-iron oxides and those modified by zirconium dioxide were prepared by heat treatment of precipitated ammonium hydroxycarbonates at temperatures between 950 and 1150°C. In the course of precipitation, zirconyl ions were added in the form of a 0.1 M ZrOSO_4 solution. The iron oxide concentration in the reaction product was varied in the range between 0.12 and 0.2 mol %, and the zirconium dioxide concentration was varied from 0.001 to 0.008 mol %. The content of aluminum and iron in the samples was determined by standard procedures of the X-ray fluorescence analysis with the use of an EDX-900HS energy dispersive spectrometer, with a relative statistical deviation of ± 0.0005 mol %. The contents of NH_4^+ was determined photometrically, and the contents of CO_3^{2-} was determined volumetrically as follows: the samples dried at room temperature were heated to 220–250°C, and the carbon dioxide was captured by an alkali solution [33]; the total content of the OH^- and CO_3^{2-} groups was determined by the oxalate method.

The following methods were applied to the examination of the samples: IR spectroscopy, with the use of a Shimadzu JR-475 spectrophotometer, the samples being pressed into tablets with KBr; XRD analysis with a STADI-P diffractometer using a software program for comparing

diffraction peaks with the data from JCPDS–ICDD PDF2, with $\text{CuK}\alpha$ radiation (nickel filter). The step scan is 0.03° and range of 2Θ was 5 to 70° , the counting was 5 to 25 s for each step.

The particle-size analysis of the samples was performed by gravity sedimentation by a Shimadzu SA-CP2 centrifugal analyzer, the viscosity of the dispersion medium being 0.0093 P and the density of the liquid phase 1.0 g/cm^3 , and by a scanning electron microscopy with a Tescan VEGA II XMU scanning electron microscope, $U_{acc} = 15$ kV. The thermal and thermogravimetric effects in the course of heating of the samples in the $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Fe}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ -system were measured using complex thermal analysis on a Q-1500 derivatograph (Hungary), heating rate of $10\text{--}11^\circ\text{C/min}$, $20\text{--}1000^\circ\text{C}$, 500-mg samples.

The abrasive properties of the samples in the polishing processes were assessed by standard procedures of measuring polishability and surface roughness (R_a) with a Wyko NT1100 optical profiler and by atomic force microscopy (AFM) with a Nanoscan scanning probe microscope working in the hard contact mode. The topography was registered as a discrete function $Z = f(x, y)$ defined on a two-dimensional array of discrete variables. In the measurement of surface roughness by scanning at maximum $9 \times 9 \mu\text{m}$ ($9.70 \mu\text{m} \times 9.32 \mu\text{m}$), with a resolution of 512×512 pixels, the scanning speed was $30 \mu\text{m/s}$. The AFM study of roughness is a series of shots with various surface parts. In each frame the parameters of the standard deviation of the heights were calculated. The resulting surface roughness on this scale was assessed as a value, averaged over a set of the same frame size. The value of the standard deviation of the heights of the surface topography can be calculated as follows:

$$\sigma = \sqrt{1/N^2 \left[\sum_{i,j} Z_{i,j} - \bar{Z} \right]^2}. \quad (1)$$

Surface roughness R_a is the arithmetic mean of the absolute value deviations within the profile length, and it is determined as follows:

$$R_a = 1/n \sum |y_i|. \quad (2)$$

The starting samples, VT1-00 titanium (99.9 % Ti), had initial surface roughness $R_a = 1.3\text{--}1.6 \mu\text{m}$. In the experiment, each point was determined on five samples. The results obtained were processed by methods of mathematical statistics and the sampling was verified for the normal distribution of the results.

The polishability was determined as:

$$P = \Delta M / S \cdot t, \quad (3)$$

where ΔM (mg) is the mean weight loss due to polishing, S (cm^2) is the area of the polished surface and t (min) is the duration of polishing. The titanium cylindrical samples had the following dimensions: diameter 17 mm, height 20 mm.

To simulate the polishing process, a specialized unit based on a “Metapolan 2” vibration device was installed (fig. 1). The samples were placed in special cells on platform 1, covered with a cloth, where there was room for polishing paste serving as a sanding pad (2). The samples were pressed by load of 18 to 30 kPa (9); the rotation of the samples was due to the rotation of the spindle (7) from an electric motor (4), the speed being adjusted by a resistor (5). The sample rotation rate was 89 rpm. The polishing suspension was prepared from the abrasive powder (10 g) and distilled water (90 ml) with a suspension pH of $7\text{--}8$. A woolen cloth was used as a polishing pad, with a polishing paste consisting of water and abrasive powder being applied to it every 15 minutes, as the optimal experimental time. The process was monitored against the change in the

metal removal and the surface quality. The agglomeration of the polishing paste did not occur during the whole process of polishing.

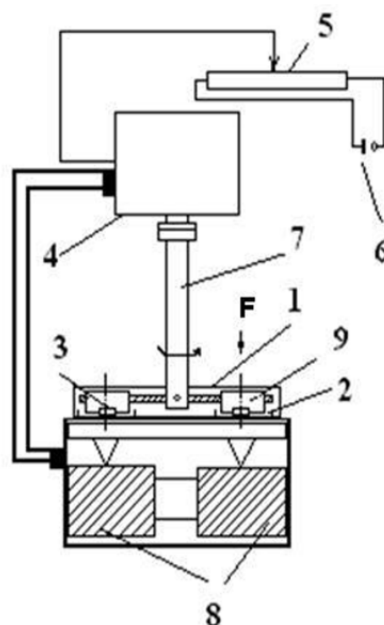


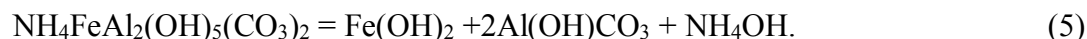
Fig. 1. Flowchart of polishing: 1 – platform; 2 – pad with slurry (polishing paste); 3 – sample; 4 – electric motor; 5 – resistor; 6 – AC source; 7 – spindle; 8 – electromagnets; 9 – load.

3. Results and Discussion

The experimental data and IR spectroscopy have shown that the precipitated ammonium aluminum-iron hydroxycarbonates doped with zirconyl-ions contain hydroxyl and carboxyl groups. Studying the synthesized samples and their heat-treatment products at temperatures ranging between 25 and 1150°C by XRD analysis, one can represent the general formula as $\text{NH}_4\text{Al}_2\text{Fe}(\text{OH})_5(\text{CO}_3)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$. When in the first stage aluminum, iron and zirconium precipitate from the sulfate solution (the results of IR spectroscopy and chemical analysis), ammonium aluminum-iron hydroxycarbonates and zirconium hydroxycarbonates are formed. These compounds are similar in the composition to the ammonium hydroxycarbonates of cobalt, aluminum and chromium previously studied earlier in [34]. The overall reaction of aluminum-iron hydroxycarbonate precipitation can be represented as follows:



The formation of ammonium hydroxycarbonates is characterized by the stability constant K and determined by the equilibrium constant $K = 1/K_1$ of the decomposition of the compound $\text{NH}_4\text{FeAl}_2(\text{OH})_5(\text{CO}_3)_2$:



As in the process of decomposition iron hydroxide and aluminum hydroxycarbonate are formed, the equilibrium constant is characterized by the ammonium hydroxide dissociation constant K_d , and it depends on the concentration of Fe^{2+} , Al^{3+} , OH^- and CO_3^{2-} . This can be represented as:

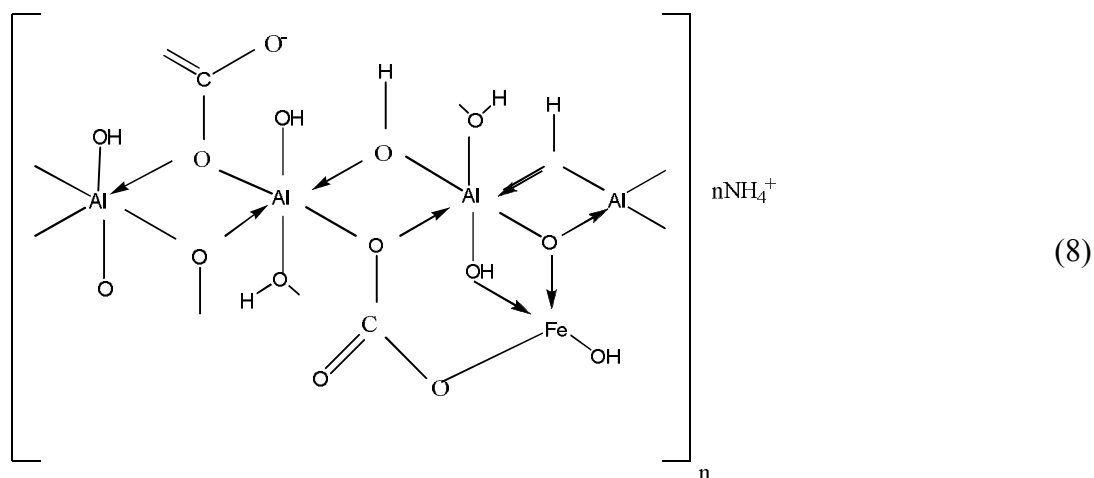
$$K_1 = K_d [\text{Fe}^{2+}] [\text{Al}^{3+}]^2 [\text{OH}^-]^4 [\text{CO}_3^{2-}]^2, \quad (6)$$

where K_d is the ammonium hydroxide dissociation constant equal to $1.8 \cdot 10^{-5}$. As a result of calculations, the stability constant for the complex is $0.17 \cdot 10^5$, i.e. the complex of hydroxycarbonates is a stable compound in the synthesis reaction.

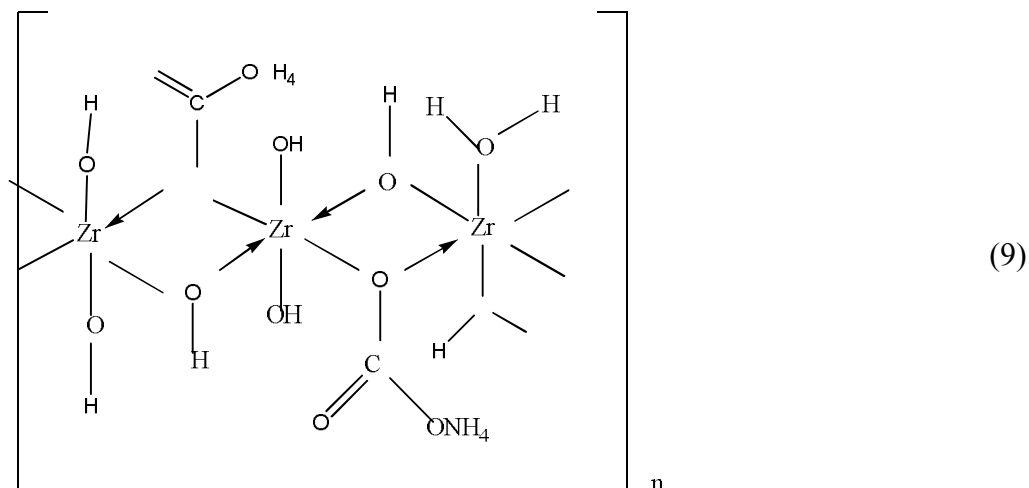
The precipitation of zirconium from the solution can be represented by the following reaction [35]:



From the theoretical concepts of olation in the formation of polynuclear complexes of hydroxide compounds and from the data of IR spectroscopy and chemical analysis, in view of the oxidation of Fe^{2+} into Fe^{3+} , the composition of the hydroxycarbonates of ammonium, Al^{3+} and Fe^{2+} can be represented by the following scheme:



For zirconium hydroxycarbonate, the scheme is as follows:

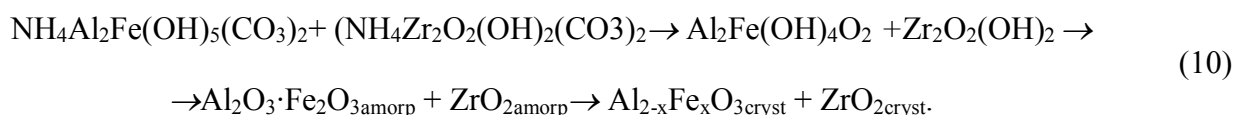


On the IR spectrums of the samples there are the following absorption bands: intense narrow bands in the region of the stretching vibrations of the OH^- groups with pronounced peaks at 3200 and 3450 cm^{-1} , which correspond to the stretching vibrations of the bond of the associated Fe-O-H and Al-O-H hydroxyl groups; the bands at 860 and 985 cm^{-1} are the deformation vibrations of the OH^- groups; the 1100 cm^{-1} band is due to the deformation vibrations of OH^- characteristic of the hydrogen bridge bond, and this confirms the polymeric nature of the compound. The bidentate nature of the carbonate group is confirmed by the split frequencies of degenerate vibrations ν_1 with

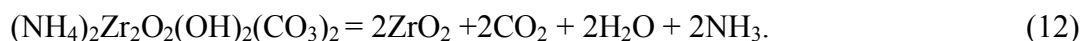
the symmetric states of the monodentate and bidentate groupings C_{2v} and C_s (absorption bands 1395; 1445-1449 and 1540 cm^{-1}).

At the second stage in the process of solid-phase synthesis, when hydroxycarbonates are treated at temperatures ranging between 950 and 1150°C, Fe^{2+} is oxidized into Fe^{3+} and solid solutions of aluminum-iron oxides are formed, as well as zirconium dioxide, and this is supported by the data of the chemical and X-ray diffraction analyses.

The process of heat treatment of ammonium hydroxycarbonate with inclusion of zirconium dioxide can be represented as follows:



The equations for the reaction of the decomposition of hydroxycarbonates during heat treatment are:



The formation of a solid solution of aluminum-iron oxides of a rhombohedral modification with the $R\bar{3}c$ spatial group is confirmed as follows: $\alpha\text{-Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ (85.9 mass %) – by the diffraction lines (012), (104), (110), (116), $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (7.7 mass %) – by the hkl lines (012), (104), (110), (116); the formation of tetragonal zirconium dioxide (1.9 mass %) with the $P42/nmc$ spatial group is corroborated by the hkl lines (101) (110), (112), and the presence of monoclinic ZrO_2 (3.7 mass %) with the $R21/c$ spatial group – by the hkl lines (011) (-111), (111).

In addition, orthorhombic AlFeO_3 (3.7 mass %) with the $Pna21$ spatial group is formed (hkl lines (011), (111), (022), (122)). Figure 2 is a diffraction pattern for the samples of ZrO_2 -modified complex aluminum-iron oxides (2a: the diffraction lines of tetragonal ZrO_2 are marked with “o” and the diffraction lines of monoclinic ZrO_2 are marked with “x”; 2b: unmodified complex aluminum-iron oxides).

The chemical X-ray fluorescence energy-dispersive analysis shows the following composition: 70.0 % Al_2O_3 ; 25.0 % Fe_2O_3 ; 5.0 % ZrO_2 , this being in good agreement with the XRD data. In the study of the $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ system under solid-phase synthesis at a temperature of 1150 to 1200°C it was found that rhombohedral aluminum oxide $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (hkl lines (012), (104), (110), (113), (116)), tetragonal zirconium dioxide (hkl lines (101), (110), (112)) and monoclinic phase (lines hkl (011), (-111), (111)) are formed. M-ZrO_2 formation is consistent with the data found in [36, 37].

The chemical X-ray fluorescence energy-dispersive analysis shows the following composition: 63.1 % Al_2O_3 ; 36.9 % ZrO_2 , this being in good agreement with the XRD data.

The data obtained from the sedimentation and electron microscopy studies demonstrate (fig. 3, 4a, 4b) that the samples of complex aluminum-iron oxides (0.12 to 0.156 mol % Fe_2O_3 and 0.04-0.08 mol % ZrO_2) contain nanoparticles: the main fraction is particles sized 50 nm. The samples with the concentration 0.08 mol % ZrO_2 (fig. 4b) contain nanoparticles more than 50 nm. The samples contain nanoparticles up to 10 nm in size, which are collected into larger particles through electrostatic attraction. But these particles quickly fall apart into small nanoparticles; therefore, in polishing, no scratches are left on the surface sample.

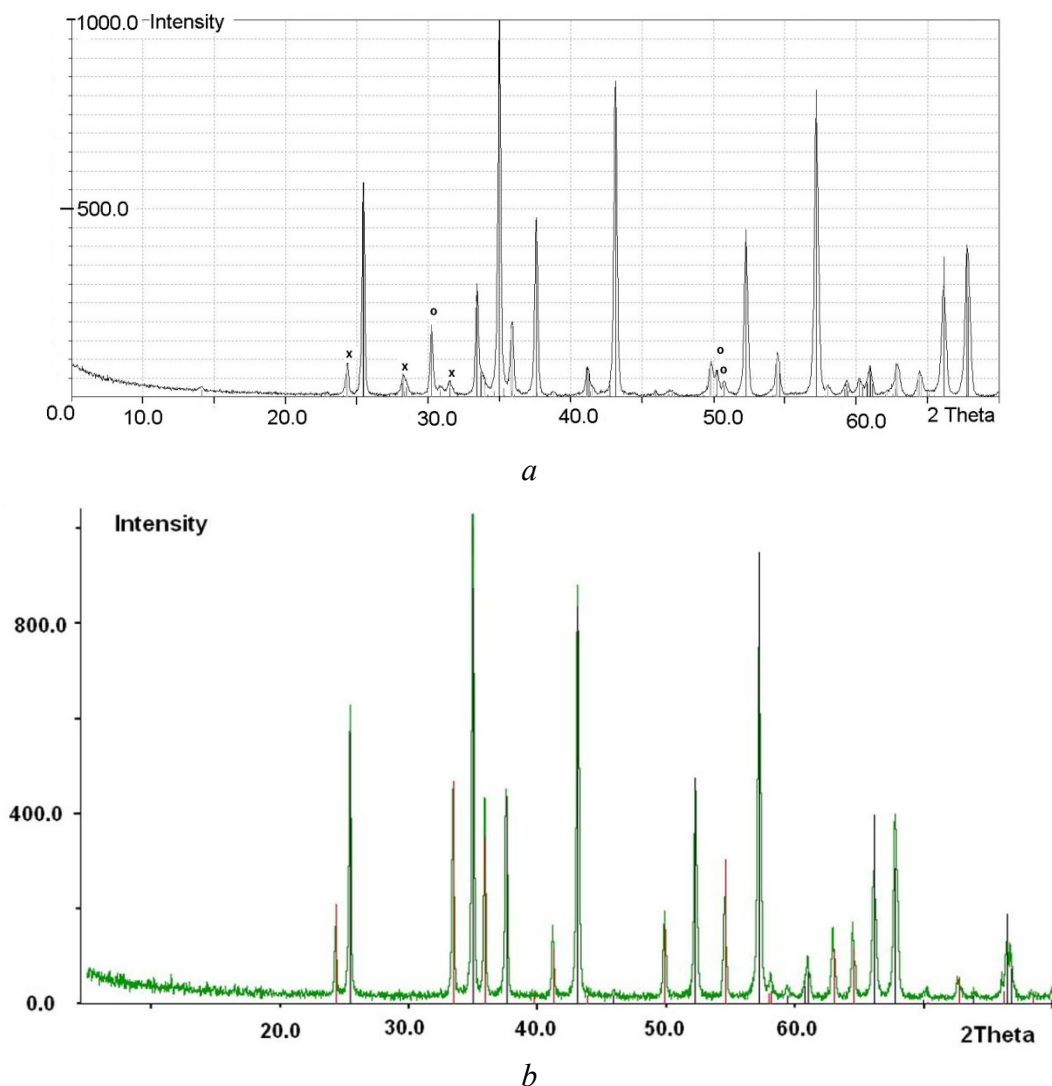


Fig. 2. XRD patterns of aluminum-iron oxide samples: (a) modified with 0.004-0.008 mol % ZrO₂ (the diffraction lines of tetragonal ZrO₂ are marked with “o” and the diffraction lines of monoclinic ZrO₂ are marked with “x”), the counting being 5 s for each step; (b) unmodified (Miller indices for α -Al_{2-x}Fe_xO₃), the counting being 25 s for each step.

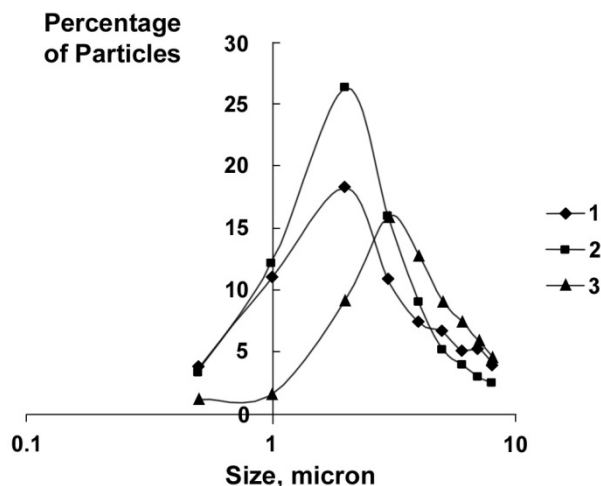


Fig. 3. Differential particle size distributions for an mixed aluminum iron oxide: (1) unmodified, (2) modified with 0.004 mol % ZrO_2 , (3) modified with 0.008 mol % ZrO_2

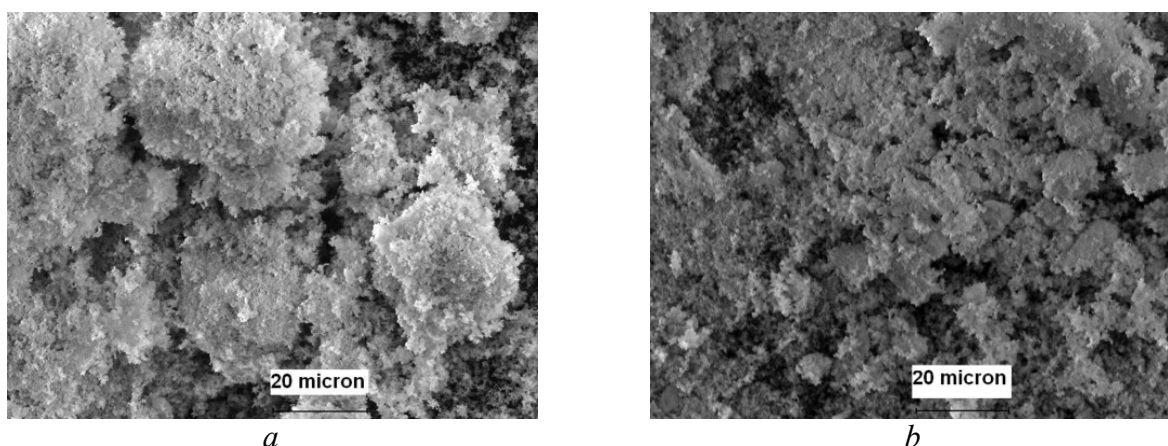


Fig. 4. SEM-micrograph of abrasive material based on a complex oxide of aluminum and iron modified with zirconium dioxide: a) with 0.004 mol % ZrO_2 ; b) modified with 0.008 mol % ZrO_2

The investigation into the process of polishing of titanium by zirconia-modified complex aluminum-iron oxides (a solid solution of aluminum-iron oxides) has resulted in the following regularities. Zirconia-modified complex aluminum-iron oxides derived from hydroxycarbonate complexes exhibit high polishability in the final polishing of titanium and its alloys and offer a surface roughness R_a of 0.009 to 0.019 μm , this being attributed both to enhanced tribochemical activity of abrasive particles and to increased abrasive material hardness in relation to the unmodified complex oxide.

Figure 5 demonstrates the kinetics of the changes in the polishability of the abrasive material based on solid solutions of aluminum-iron oxides when used for titanium polishing. Modification with zirconium dioxide increases polishability by a factor of 3 to 4.5 (curves 2 and 3). The initial surface roughness R_a was 1.29 to 1.63 μm , the applied contact pressure was 18 kPa, the rate of sample rotation being 89 rpm. The contact pressure is one-fifth that for the known data on polishing with corundum [19].

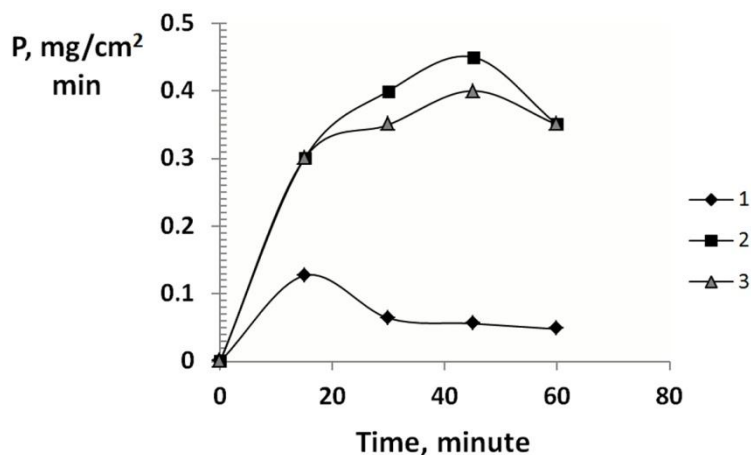


Fig. 5. Kinetic curves for polishing titanium (P , $\text{mg}/\text{cm}^2\text{min}$) by zirconia-modified $\text{Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ solid solutions: 1 – unmodified; 2 – with 0.008 mol % ZrO_2 ; 3 – with 0.004 mol % ZrO_2 . The experimental results have been processed by methods of mathematical statistics.

The increase of contact pressure to 30 kPa during polishing results in the plastic deformation of the titanium surface, deep stripes are observed. The zirconium dioxide concentration can be varied, namely, the concentration of 0.08 mol % ZrO_2 is preferable within the first 15 to 30 min, and then follows 0.04 mol %, since the process of polishing accelerates due to a change in the hardness of the abrasive material.

Final polishing with complex oxides is based on the oxidation of the metal surface. An alteration of the electron subsystem, for instance, for titanium, occurs: oxidation $\text{Ti}^0 \rightarrow \text{Ti}^{2+} \rightarrow \text{Ti}^{4+}$. The electron spin changes in the partially occupied sublevel can be presented as follows: $3d^24s^2 \rightarrow 3d^24s^0 \rightarrow 3d^14s^0 \rightarrow 3d^04s^0$. As a result, under friction in the presence of chemically active abrasive material and environment, there occurs nearly instant oxidation of the surface layer and the formation of an oxide film, which is destroyed and removed from the surface. The highest degree of oxidation is possible at contact points where microcracks are generated. As a result of oxidation and film destruction and removal, the surface is smoothened. At the initial polishing stage, as a result of the chemical action of paste components and the mechanical action of abrasive particles, oxides are formed in subsurface layer; for example, they can change into oxides as follows:



If mechanochemical polishing is a process occurring at the interface between solids (including the oxidation and formation of an oxide phase in the subsurface layer), then the overall system can reasonably be considered a two-phase system with a separating surface and ion exchange. Such processes are identified as heterogeneous topochemical; their kinetic regularities can be described by the Erofeev–Kolmogorov–Avrami equation found in [38]:

$$\alpha = 1 - e^{-kt^n}, \quad (14)$$

$$K_{or} = nk^{1/n}, \quad (15)$$

where α is the degree of transformation of metal atoms to oxides, which is defined as the relative intensity of metal removal C_i/C_{max} (it is assumed a priori that the factor of the mechanochemical action of the abrasive is the main one), n is the number of consecutive stages during the formation of the center of the new oxide phase, k is the process constant, t is the duration of polishing, and K_{or}

is the constant of the oxidation rate. These equations have been used successfully to describe the kinetics of polishing ShKh-15 steel with the participation of the reactions in the surface layer [39, 40]. As a result of studying the kinetic regularities of polishing with the use of equations (14) and (15), experimental values of n , k , and K_{or} for polishing titanium are obtained: $n=0.78$; $k=0.10$; $K_{or}=0.05$ with standard deviation $S^2 = 0.005$. Figure 6 shows the kinetic curves depicting surface roughness behavior during the polishing of VT1-00 titanium samples with different abrasives. These results have been obtained with the use of an optical profilometer. For comparison, curve (1) shows the behavior of titanium surface roughness for polishing with unmodified solid solution of aluminum-iron oxides. It is obvious that R_a achieved within 45 min of polishing is $0.19 \mu\text{m}$, whereas the modification of solid solutions of aluminum-iron oxides with zirconium dioxide enables one to achieve $0.019\text{--}0.009 \mu\text{m}$ within the same time (curve 3). The graphics are in the logarithmic units.

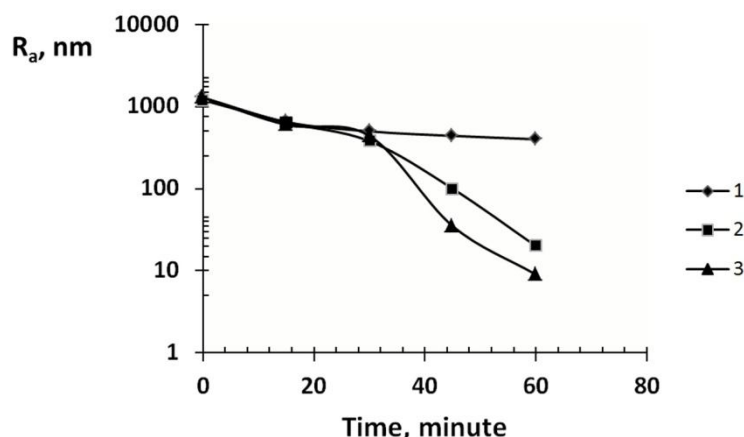


Fig. 6. Kinetic curves for the behavior of surface roughness R_a upon the polishing of titanium samples: 1 – $\text{Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ solid solutions; 2 – by zirconia-modified $\text{Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ solid solutions with 0.008 mol % ZrO_2 ; 3 – with 0.004 mol % ZrO_2 .

Figure 7 illustrates the polishing effect on the surface topography of titanium samples: *a* – initial surface roughness, $R_a = 1.3\text{--}1.6 \mu\text{m}$ (when the surface texture is rough, the surface area is chosen to be $0.9 \times 12 \text{ mm}$); *b* – typical images of the surface topography of titanium specimens polished within 60 minutes, $R_a = 0.019 \mu\text{m}$ (R_a 19.04 nm, sampling 161.85 nm, S^2 1.51). According to the AFM results, $R_a = 0.009 \mu\text{m}$ (R_a 9 nm). S^2 is equal to 1.51 when $n=5$. As a result of these definitions, the interval $R_a = 0.009\text{--}0.019 \mu\text{m}$ was selected.

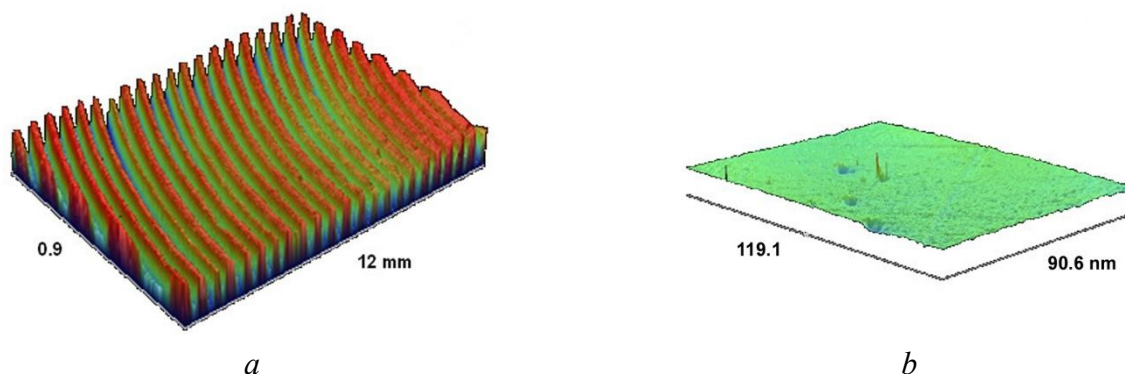


Fig. 7. The polishing effect on the surface topography of titanium specimens: *a* – initial surface roughness, $R_a = 1.3\text{--}1.6 \mu\text{m}$; *b* – typical images of the surface topography of titanium samples polished within 60 min, $R_a = 0.019 \mu\text{m}$ (R_a 19.04 nm, sampling 161.85 nm, S^2 1.51).

The attainment of high-grade surface processing is attributable to the use of zirconia-modified $\text{Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ solid solutions with a nanoparticulate particle size offering a high tribochemical material activity in polishing processes.

4. Conclusion

The effect of zirconium dioxide on the formation of $\text{Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ solid solutions during heat treatment of ammonium hydroxycarbonate complexes, $\text{NH}_4\text{FeAl}_2(\text{OH})_5(\text{CO}_3)_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ has been studied by XRD, IR spectroscopy, DTA, electron microscopy, and particle-size analysis. The nanoparticles have been shown to be constituted from crystalline rhombohedral $\alpha\text{-Al}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$, monoclinic and tetragonal ZrO_2 (M- ZrO_2 and T- ZrO_2). The synthesized mixed oxide offers a high polishability, namely, 3 to 4.5 times as high as the unmodified oxide. For titanium polishing, the surface roughness R_a reaches the interval 0.019–0.009 μm .

Acknowledgement

The author wishes to express her appreciation and gratitude to Ph.D. A. P. Tyutyunnik, leading research scientist at the Institute of Solid State Chemistry, of the Russian Academy of Sciences, Ural Branch for the XRD analysis of the samples.

In the experiment the Devices of the Center of Collective Use (CCU) Institute of Engineering Science of the Russian Academy of Sciences, Ural Branch, were used.

References

1. Jackson M.J., Mills B., Hitchiner. M.P. Controlled Wear of Vitrified Abrasive Materials for Precision Grinding Applications. *Sadhana*, 2003, vol. 28, pp. 897–914.
2. Givi M., Tehrani A.F., Mohammadi A. Polishing of the aluminum sheets with magnetic abrasive finishing method. *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, 2012, vol. 61, pp. 989–998. ISSN 0268-3768.
3. Artemov A.S. Polishing Nanodiamonds. *Physics of the Solid State*, 2004, vol. 46, pp. 687–695. ISSN: 1063-7834.
4. Bakharev V.P. Dispersion of Ceramics and Composites in Diamond Finishing by Free Abrasive. *Russian Engineering Research*, 2009, vol. 29, pp. 162–168. ISSN 1068-798X.
5. Filatova Yu.D., Yashchuk V.P., Filatov A.Yu., Heisel U., Storchak M., Monteil G. Assessment of Surface Roughness and Reflectance of Nonmetallic. Products upon Diamond Abrasive Finishing. *Journal of Superhard Materials*, 2009, vol. 31, no. 5, pp. 338–346. ISSN: 1063-4576.
6. Storozhenko P.A., Guseinov Sh.L., Malashin S.I. Nanodispersed Powders: Synthesis, Methods and Practical Applications. *Nanotechnol. Russia*, 2009, vol. 4, pp. 262–274. ISSN 1995-0780.
7. Pokropivnyi V.V., Silenko P.M. Silicon Carbide Nanotubes and Nanotubular Fibers: Synthesis, Stability, Structure and Classification. *Theor. Exp. Chem.*, 2006, vol. 42, pp. 3–15. DOI 0040-5760/06/4201-0003.
8. Khanra A.K. Production of Boron Carbide Powder by Carbothermal Synthesis of Gel Material. *Bull. Mater. Sci.*, 2007, vol. 30, pp. 93–96.
9. Bogdanov S.P. Influence of Superstoichiometric Boron on the Synthesis of Cubic Boron Nitride. *Glass Phys. Chem.*, 2008, vol. 34, pp. 336–339. ISSN 1087-6596.
10. Song X.-l., Qu P., Yang H.-P., He X., Qiu G.- Z. Synthesis of $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ Nanoparticles by Chemical Precipitation Method. *J. Cent. South Univ. Technol.*, 2005, vol. 12, pp. 536–541. ID: 1005 - 9784(2005)05 - 0536 - 06.
11. Garshin A.P., Gropyaynov V.M., Lagunov Yu.V. *Abrazivnye materialy* [Abrasive Materials]. Leningrad, Mashinostroenie Publ., 1983, 230 p. (In Russian).
12. Viktorov V.V., Fotiev A.A., Badich V.D. Abrasive and Thermal Properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ Solid Solutions. *Inorg. Mater.*, 1996, vol. 32, no 55, pp. 55–57 ISSN 0020-1685.

13. Chekhomova L.F. Abrasive Properties of Modified Chromia. *Inorg. Mater.*, 2001, vol. 37, p. 274. ISSN 0020-1685.
14. Koroleva L.F. *Modifitsirovannyye oksidy, oksogidroksid, shpineli khroma, dlya abrazivnykh i pigmentnykh materialov* [Modified Oxides, Oxyhydroxide, Chromium Spinel for Abrasive and Pigmentary Materials]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 2002, 217 p. ISBN 5-7691-1236-0.
15. Rogov V.V., Rublev N.D., Krotenko T.L., Troyan A.V. A Study of Intensity of Tribochemical Contact Interaction between a Polishing Compound and Sapphire in Machining. *Sverkhtverd. Mater.*, 2008, no. 4, pp. 75–78. (In Russian).
16. Koroleva L.F.. Abrasive Properties of Aluminum Iron Oxide Nanoparticles. *Inorg. Mater.*, 2009, vol. 45, p. 1158. ISSN 0020-1685.
17. Koroleva L.F. Synthesis and Abrasive Properties of Nanoparticulate MoO_2 -Modified $\text{Al}_2\text{-xFe}_x\text{O}_3$ and $\text{Fe}_2\text{-yAl}_y\text{O}_3$ Solid Solutions. *Inorg. Mater.*, 2010, vol. 46, p. 1330. ISSN 0020-1685.
18. Dogadkina E.V., Dontsov M.G., Parfenyuk V.I. Chem. Polishing of titanium. *Izv.Vuzov, Ser. Khimiya. Khim. Tekhnol.*, 2011, vol. 54, no 3, pp. 65–68. (In Russian).
19. Kim J., Lim E., Jung Y. Determination of efficient superfinishing conditions for mirror surface finishing of titanium. *J. Cent. South Univ.*, 2012, vol. 19, pp. 155–162. ISSN: 2095-2899.
20. Koroleva L.F. Final Polishing of Metals to Obtain Nanoroughened Surface with nanoparticulate complex oxides of aluminum and iron. Chapter 6. In Book: Recent Advances in Abrasives Research P.286, Ed. Prof. Dirk Bähre. Nova Science Publishers. 2013, pp.173–211. ISBN: 978-1-62808-566-2.
21. Andryushchenko L.A., Grinev B.V., Tarasov V.A. Influence of the Surface State of Inorganic Scintillation Materials on Their Performance Characteristics (Review). *Instruments and Experimental Techniques*, 2011, vol. 54, no. 5, pp. 603–631. ISSN 0020-4412.
22. Safronov A.P., Kalinina E.G., Blagodetelev D.A., Kotov Yu.A. Separation of Aluminum Oxide Powders with Different Degrees of Aggregation by Sedimentation in an Aqueous Medium. *Nanotechnol. Russia*, 2010, vol. 5, p. 498. ISSN 1995-0780.
23. Belousov V.M., Chertov V.M., Rozhkova E.V., Litvin V.I., Zazhigalov V.A. A Sol-Gel Method for Synthesizing Porous Iron-Aluminum Oxide Substances and Regulation of their Physicochemical Characteristics. *Theoretical and Experimental Chemistry*, 1997, vol. 33, pp. 120–123. ISSN: 0040-5760.
24. Silyakov L., Pesotskaya N.S., Yuxhvid V.I. Selfpropagated High-Temperature Synthesis and Properties of Corundum-Based Abrasive Composition Material. *Inorg. Mater.*, 1995, vol. 31, pp. 351-357. ISSN 0020-1685.
25. Tarasov A.G., Gorshkov V.A., Yuxhvid V.I. Phase Composition and Microstructure of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Cr}_2\text{O}_3$ Solid Solutions Prepared by Self-Propagating High-Temperature Synthesis. *Inorg. Mater.*, 2007, vol. 43, p. 724. ISSN 0020-1685.
26. Merzhanov A.G., Borovinskaya I.P. Historical Retrospective of SHS: An Autoreview. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 2008, vol. 17, no. 4, pp. 242–265. ISSN 1061-3862.
27. Romanova R.G., Petrova E.V. Phase Composition of Aluminum–Zirconium Oxide Nanocrystals Prepared by Electrochemical Coprecipitation. *Russian Journal of Physical Chemistry*, 2006, vol. 80, no. 6, pp. 974–979. ISSN 0036-0244.
28. Isasi-Marín J., Pérez-Estébanez M., Díaz-Guerra C., Castillo J.F., Correcher V., Cuervo-Rodríguez M.R. Structural, magnetic and luminescent characteristics of Pr^{3+} -doped ZrO_2 powders synthesized by a sol–gel method. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2009, vol. 42, no. 7. DOI: 10.1088/0022-3727/42/7/075418.
29. Isasi J., Perez M., Castillo J.F., Correcher V., Aldama I., Arevalo P., Carbajo M.C. Preparation and characterization of $\text{Ce}_{0.95}\text{Zr}_{0.05}\text{O}_2$ nanopowders obtained by sol-gel and template methods. *Materials Chemistry and Physics*, 2012, vol. 136, no. 1, pp. 160–166. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2012.06.046.

30. Panova T.I., Morozova L.V., Drozdova I.A., Shilova O.A. Sol–Gel Synthesis of Solid Solutions Based on Zirconium and Hafnium Dioxides. *Glass Physics and Chemistry*, 2011, vol. 37, no. 5, pp. 505–511. ISSN 1087-6596.
31. Kuznetsov P.N., Zhizhaev A.M., Kuznetsova L.I. Mechanochemical Synthesis of Nanosize Metastable Zirconium Oxide. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 2002, vol. 75, no. 2, pp. 171–176. ISSN: 1070-4272.
32. Xu X., Wang X. Fine Tuning of the Sizes and Phases of ZrO₂ Nanocrystals. *Nano Res.*, 2009, vol. 2, pp. 891–902. ISSN: 1998-0124.
33. Koroleva L.F. *Teoriya i praktika gazovogo analiza* [Theory and Practice of Gas Analysis], Ekaterinburg: Ural State Forest Engineering University Publ., 2002, 153 p. (In Russian).
34. Koroleva (Chekhomova) L.F. Synthesis of Spinel-Based Ceramic Pigments from Hydroxycarbonates. *Glass Ceram.*, 2004, vol. 61, no. 9–10, pp. 299–302. ISSN: 0361-7610.
35. Chekhomova L.F., Cherednichenko N.V. Zirconium Phosphate as an Ion-Exchanger for the Separation of Samarium and Neodymium. *J. Anal. Chem.*, 1998, vol. 53, no. 10, pp. 897–901. DOI 1061-9348/98/5310-0897.
36. Gutzov S., Peneva S.K. Formation of the monoclinic zirconia phase by heating from hydrous zirconium oxide. *Journal of Materials of Science Letters*, 1998, vol. 17, pp. 1535–1537. ISSN: 0261-8028.
37. Toropov N.A., Barzakovskii V.P., Lapin V.V., Kurtseva N.N. *Diagrammy sostoyaniya silikatnykh sistem: spravochnik. Vyp. pervyi. Dvoynye sistemy*. [State Diagrams of Silicate Glasses, Issue 1: Binary Systems]. Leningrad: Nauka, 1969, p. 822. (In Russian).
38. Boldyrev V.V. *Reaktsionnaya sposobnost tverdykh tel* [Reaction Ability of Solids]. Novosibirsk, Sib. Branch RAN, 1997, 303 p. (in Russian).
39. Koroleva L.F. Final Polishing of Metals to Obtain Nanoroughened Surface. *Nanotechnologies in Russia*, 2012, vol. 7, no. 1–2, pp. 67–75. ISSN 1995-0780
40. Koroleva L.F. Tribochemical Activity of Mixed Oxides of Abrasive Materials in Metal Polishing. *Fiz. Khim. Obrab. Mater.*, 2006, no. 4, pp. 84–92. (In Russian).