

05.2

Инверсия пьезомагнитного эффекта остаточного намагниченного состояния стали 30X13 при малоцикловых испытаниях

© К.Р. Муратов, В.Ф. Новиков, Р.А. Соколов

Тюменский индустриальный университет, Тюмень, Россия
E-mail: muratows@mail.ru

Поступило в Редакцию 17 марта 2022 г.

В окончательной редакции 5 апреля 2022 г.

Принято к публикации 6 апреля 2022 г.

Представлены результаты магнитоупругих испытаний закаленных и отпущенных образцов высокохромистой стали 30X13, которые после намагничивания подвергались малоцикловому растяжению. Испытания повторялись с последовательным повышением амплитуды нагружения. Растяжение на первом цикле приводило к необратимому размагничиванию образцов. С увеличением числа циклов устанавливается квазиобратимое изменение намагниченности, называемое пьезомагнитным эффектом остаточной намагниченности. Установлена высокая чувствительность указанного эффекта к усталостным нагружениям, активное изменение его знака происходит в окрестности предела выносливости.

Ключевые слова: сталь 30X13 (AISI 420), пьезомагнитный эффект, остаточная намагниченность, циклические испытания, магнитоупругое размагничивание.

DOI: 10.21883/PJTF.2022.10.52557.19191

Магнитные, электромагнитные и магнитоупругие методы обладают высокой структурной чувствительностью. Поэтому они широко используются для неразрушающего контроля [1,2]. В последнее время возрос интерес к разработке магнитных методов неразрушающего контроля усталостных характеристик сталей [3,4], в частности к магнитоупругому методу [5,6].

Настоящая работа посвящена исследованию магнитоупругих явлений при малоцикловых напряжениях и поиску возможностей использования магнитоупругого эффекта для определения усталостных свойств и ресурса выносливости сталей [5]. В качестве материала для исследований была взята сталь 30X13 (аналог AISI 420). Она обладает высокой прочностью, коррозионной стойкостью, сравнительно большой магнитострикцией и средней магнитной жесткостью [7,8].

Намагниченный до насыщения образец в процессе циклического нагружения испытывает частичное магнитоупругое размагничивание, которое после 10–30 циклов приобретает установившийся магнитоупругий квазиобратимый характер, т. е. устанавливается так называемый пьезомагнитный эффект остаточного намагниченного состояния (ПМО) [9–11].

Образцы для испытаний представляли собой стержни длиной 100 мм с резьбой М8 на концах. Рабочая часть имела длину 80 мм, диаметр 6 мм. Выполнялись закалка от 1030–1050°C в масло и отпуск при температурах от 150 до 700°C в течение часа.

Экспериментальная установка и техника эксперимента описаны в работе [5]. Первая серия испытаний включала в себя намагничивание до насыщения, циклическое растягивающее нагружение амплитудой порядка $\sigma_A = 150$ МПа и синхронную запись магнитограмм. По-

следующие серии проводились с повышением нагрузки примерно на 50 МПа.

В диапазоне температур отпуска 200–500°C наблюдается положительный пьезоэффект, который с ростом температуры отпуска имеет тенденцию к уменьшению его величины. Начиная с температуры отпуска 530°C при нагрузке 630 МПа знак пьезоэффекта меняется на отрицательный на 24-м цикле нагружения. Для температуры 550°C это наблюдается уже при 210 МПа на 4-м цикле. Для температур 600, 650 и 700°C смена знака пьезоэффекта происходит на нагрузках 215 (11-й цикл), 366 (23-й цикл) и 415 МПа (13-й цикл) соответственно. Пример магнитоупругих циклограмм приведен на рис. 1.

Здесь наиболее интересным случаем является температура отпуска 600°C, где пьезомагнитный эффект имеет сложный характер. Поэтому с целью его детального изучения были изготовлены два аналогичных образца и проведены повторные пятидесятицикловые испытания. Предел прочности $\sigma_B = 850–900$ МПа [12], условный предел текучести $\sigma_{0.2} = 710$ МПа [12], предел выносливости $\sigma_{-1} = 495$ МПа [13]. Нагрузка первой серии испытаний составила 35 МПа, дальнейшее повышение производилось на 35 МПа. Перед пятидесятицикловыми испытаниями и после них измеряли намагниченность методом извлечения образца из катушки, подключенной к микроверберметру Ф192. Начало пластического удлинения образцов регистрировалось при 672 МПа (образец 1) и 572 МПа (образец 2).

На рис. 2 приведены диаграммы первых (а) и последних (пятидесятих) (б) циклов нагружения для различных амплитуд. Ветвь диаграммы (рис. 2, а) со спадающей нагрузкой демонстрирует положительный наклон. Для амплитудных нагрузок 565 МПа (рис. 2, а) и выше наблюдается изменение характера размагничивания при

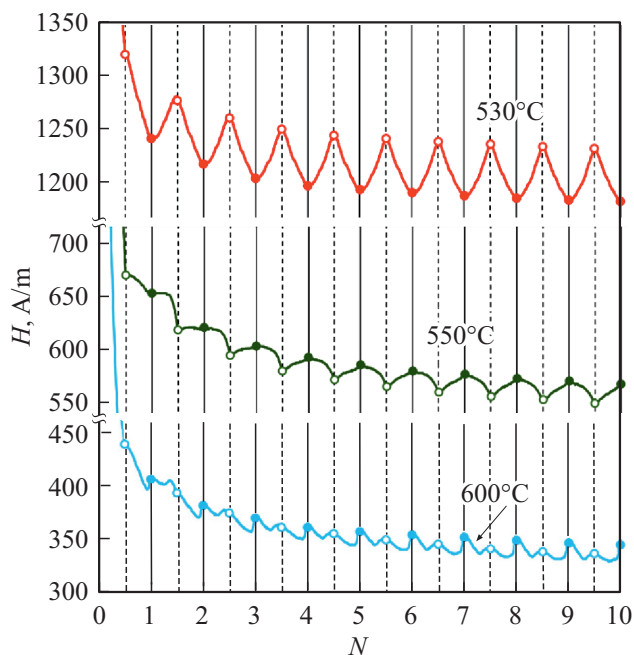


Рис. 1. Характер изменения напряженности магнитного поля остаточной намагниченности с ростом номера цикла нагружения амплитудой 265 МПа для образцов стали 30X13 после закалки и отпуска при температурах 530, 550 и 600°С. Сплошные вертикальные линии соответствуют нулевой нагрузке, пунктирные — амплитудной.

нагружении по сравнению с меньшими амплитудами, что указывает на наличие необратимых изменений в материале. На первом цикле воздействия осуществляется необратимый сброс остаточной намагниченности (40–90%), и дальнейшее размагничивание происходит на фоне ПМО.

Для магнитоупругих петель на последующих циклах ($N = 2–50$) характерен положительный пьезомагнитный эффект (рис. 2, *b*) до серии 493 МПа включительно. Начиная с нагрузки 536 МПа вторая и последующие петли приобретают все более сложный характер с ростом номера цикла: в области малых нагрузок наблюдается отрицательный пьезоэффект, переходящий в положительный с возрастанием нагрузки внутри цикла (рис. 2, *b*).

Чтобы количественно описать трансформацию пьезоэффекта последних циклов с ростом нагрузки, определена магнитоупругая чувствительность пьезоэффекта $\Lambda = \Delta M / \Delta \sigma$ на участках магнитоупругих петель 50-го цикла. Вблизи $\sigma = 0$ чувствительность Λ_0 определяли по отрезку, проведенному через точку самопересечения петли (рис. 2, *b*). Вблизи амплитудной нагрузки чувствительность Λ_σ находили по участку спадающей нагрузки. Совокупная магнитоупругая чувствительность определялась по размаху петель: $\Lambda_\Sigma = (M_{\sigma_A} - M_0) / \sigma_A$, где M_0 и M_{σ_A} — значения намагниченности при нулевой и амплитудной нагрузке соответственно (рис. 2, *b*).

На рис. 3 представлен характер изменения Λ_0 , Λ_σ и Λ_Σ с ростом σ_A для двух образцов. В диапазоне 40–250 МПа эти величины изменяются практически одинаково, что обусловлено практической линейностью магнитоупругих петель. Дальнейший рост нагрузки приводит к их искривлению, что отражается в расхождении кривых $\Lambda_0(\sigma_A)$, $\Lambda_\sigma(\sigma_A)$ и $\Lambda_\Sigma(\sigma_A)$. Начиная с нагрузок порядка 450 МПа можно видеть начало интенсивного спада кривой $\Lambda_0(\sigma_A)$ и переход к отрицательным значениям величины $\Lambda_0(\sigma_A)$. При этом происходит инверсия магнитоупругого сигнала, т.е. пьезоэффект становится отрицательным. Обратим внимание на то, что такие резкие изменения наблюдаются в окрестности предела выносливости ($\sigma_{-1} = 495$ МПа [13]).

При дальнейшем росте амплитуды нагружения также наблюдается инверсия знака Λ_σ (при 520–550 МПа). При этом Λ_Σ вплоть до нагрузок, близких к пределу текучести, остается положительной, что обусловлено наличием в магнитоупругих петлях (рис. 2, *b*) участков с положительным пьезоэффектом. Вблизи $\sigma_{0.2}$ зависимости $\Lambda_0(\sigma_A)$ и $\Lambda_\sigma(\sigma_A)$ демонстрируют экстремум (рис. 3). Вероятно, это обусловлено сбросом накопленных к этому моменту внутренних напряжений за счет интенсивных пластических деформаций.

Обращает на себя внимание (рис. 2, *b*, вставка с промежуточными петлями), что с ростом номера цикла внутри серии испытаний магнитоупругая чувствительность Λ_σ практически не меняется, тогда как Λ_0 изменяется значительно, т.е. этот параметр является наиболее чувствительным к наработке при циклическом воздействии.

Согласно известному термодинамическому соотношению [14, с. 40]

$$\left(\frac{\partial M}{\partial \sigma}\right)_H = \frac{1}{l_0} \left(\frac{\partial l}{\partial H}\right)_\sigma \quad (1)$$

для материалов с положительной магнитострикцией ($\partial l / \partial H > 0$, где ∂l — удлинение вдоль напряженности H ; l_0 — начальный линейный размер), изменение намагниченности ∂M при растяжении ($\partial \sigma > 0$) должно быть положительным, а при сжатии ($\partial \sigma < 0$) — отрицательным. Отрицательный ПМО при растяжении стали 30X13, имеющей положительную магнитострикцию [15], на первый взгляд противоречит соотношению (1). В работах [10,15] отрицательный пьезоэффект материала с положительной магнитострикцией объясняется структурно-фазовой контрастностью стали. Магнитомягкие участки феррита чередуются с более магнито жесткими участками цементита. В этом случае силовые линии остаточной намагниченности пластин цементита, коэрцитивная сила H_C которого составляет величину порядка 80–240 А/см [16], могут замыкаться через магнитомягкие участки феррита ($H_C = 2$ А/см), непосредственно примыкающие к нему, и могут иметь антипараллельную намагниченность. При растяжении обратная намагниченность магнитомягких участков, находящихся

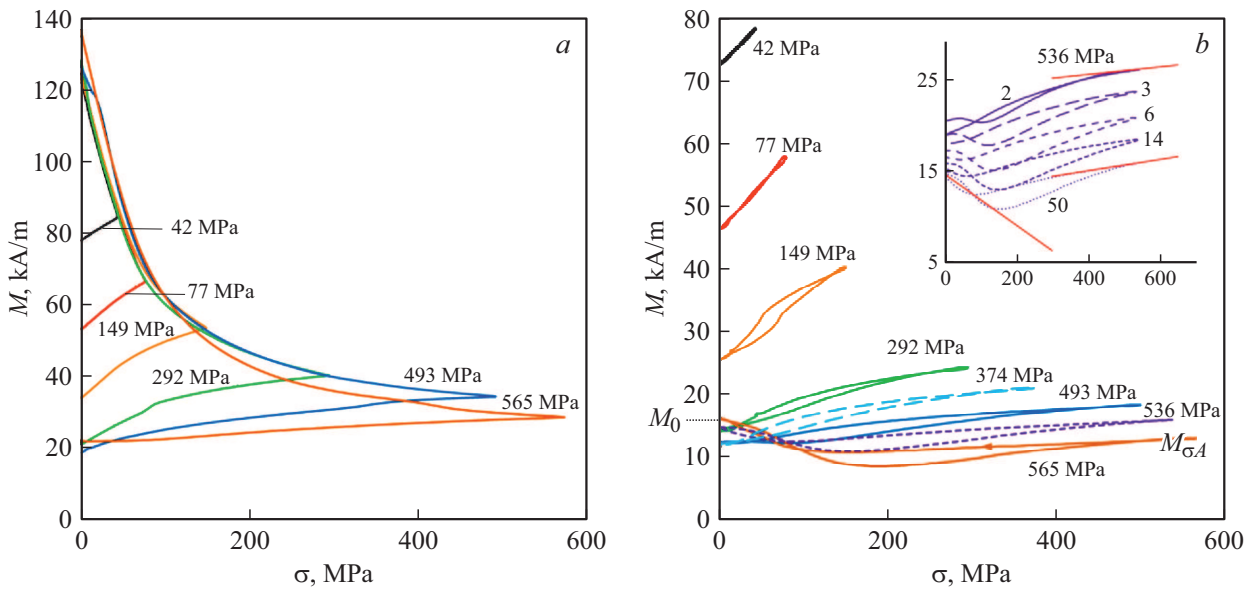


Рис. 2. Зависимость остаточной намагниченности от напряжения растяжения для различных амплитуд нагружения образца 1 с отпуском 600°С. Приведены первые (а) и последние (пятидесятые) (b) циклы серий. Для нагрузки 536 МПа показаны некоторые промежуточные циклы (на вставке).

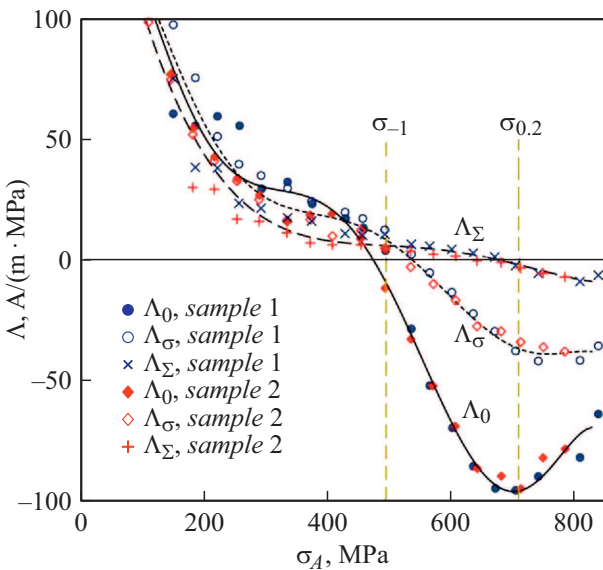


Рис. 3. Характер влияния амплитуды нагружения на магнитоупругую чувствительность Λ .

в обратном поле магнитно-разомкнутых жестких фаз, насыщается быстрее, чем прямая намагниченность магнитожестких участков образца, имеющих небольшую положительную константу магнитострикции. Поэтому в целом результирующая намагниченность материала уменьшается.

В закаленном состоянии микроструктура стали 30X13 состоит из мартенсита, незначительного количества остаточного аустенита и карбидов хрома типа $M_{23}C_6$. Отпуск закаленной стали начиная с 400°С приводит

к распаду мартенсита и появлению перлита (сорбит, троостит), о чем свидетельствует увеличение намагниченности насыщения [17]. При более высокой температуре мартенсит распадается на ферритно-карбидную смесь, что проявляется в снижении коэрцитивной силы и увеличении магнитострикции [12,15]. Таким образом, с повышением температуры отпуска усиливается магнитная контрастность материала, т.е. состояние, способствующее появлению отрицательного ПМО.

В работе [18] на заэвтектоидной стали У10 было показано, что при многоцикловом растяжении при высоких нагрузках происходит эволюция структуры „свежего“ и кратковременно отпущенного при 650°С мартенсита. Установлено, что в тонкопластинчатом мартенсите происходит фрагментация цементитных пластин, места разломов замещаются ферритной фазой (происходит полигонизация) с высокой концентрацией дислокаций. В результате размагничивающий фактор фрагментированных цементитных магнитожестких пластин возрастает. Это приводит к появлению дополнительных магнитных полей рассеяния цементита, увеличивающих (внутри феррита) объем участков с обратной намагниченностью. Как следствие, возникает отрицательный пьезоэффект, который с наработкой циклов воздействия будет усиливаться.

Таким образом, наблюдаемые изменения характеристик пьезомагнитного эффекта в окрестности предела выносливости материала могут быть объяснены механизмом обратных полей жестких магнитных фаз, который в процессе усталостной деградации должен только усиливаться.

Полученные результаты исследований можно кратко сформулировать следующим образом: 1) впервые обна-

ружена инверсия пьезомагнитного эффекта остаточной намагниченности при малоцикловом нагружении закаленной и отпущенной при 600°C стали 30X13; 2) показано, что пьезомагнитный эффект является весьма чувствительным к тонким структурным изменениям стали 30X13 при нагружениях и может быть использован для контроля усталостной деградации изделий из стали 30X13.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Э.С. Горкунов, А.Н. Мушников, Контроль. Диагностика, **23** (12), 4 (2020). DOI: 10.14489/td.2020.12.pp.004-023
- [2] A.N. Stashkov, E.A. Schapova, A.P. Nichipuruk, A.V. Korolev, NDT E International, **118**, 102398 (2021). DOI: 10.1016/j.ndteint.2020.102398
- [3] А.Г. Ефимов, Завод. лаб. Диагностика материалов, **86** (8), 49 (2020). DOI: 10.26896/1028-6861-2020-86-8-49-57
- [4] Э.С. Горкунов, А.М. Поволоцкая, С.М. Задворкин, Е.А. Путилова, А.Н. Мушников, Е.Г. Базулин, А.Х. Вopilкин, Дефектоскопия, № 11, 21 (2019). DOI: 10.1134/S0130308219110034 [E.S. Gorkunov, A.M. Povolotskaya, S.M. Zadvorkin, E.A. Putilova, A.N. Mushnikov, E.G. Bazulin, A.Kh. Vopilkin, Russ. J. Nondestruct. Test., **55** (11), 827 (2019). DOI: 10.1134/S1061830919110044].
- [5] К.Р. Муратов, В.Ф. Новиков, Д.Ф. Нерадовский, Р.Х. Казаков, Физика металлов и металловедение, **119** (1), 19 (2018). DOI: 10.7868/S0015323018010035 [K.R. Muratov, V.F. Novikov, D.F. Neradovskii, R.Kh. Kazakov, Phys. Metals Metallogr., **119** (1), 18 (2018). DOI: 10.1134/S0031918X1801012X].
- [6] D. Zhang, Z. Xie, T. Ueda, J. Mao, J. Zhang, W. Jin, J. Magn. Magn. Mater., **547**, 168931 (2022). DOI: 10.1016/j.jmmm.2021.168931
- [7] Е.П. Манилова, *Кинетика фазово-структурных процессов в условиях длительной эксплуатации в 12% хромистой стали (ЭП428)*, автореф. канд. дис. (НПО „ЦКТИ“, СПб., 2005).
- [8] E. Saliba, M. Grech, J. Magn. Magn. Mater., **541**, 168543 (2022). DOI: 10.1016/j.jmmm.2021.168543
- [9] В.Ф. Новиков, Т.А. Яценко, М.С. Бахарев, Изв. вузов. Нефть и газ, № 4, 96 (1998).
- [10] В.Ф. Новиков, К.Р. Муратов, Д.Ф. Нерадовский, А.В. Строкова, Изв. вузов. Физика, **57** (9), 27 (2014). [V.F. Novikov, K.R. Muratov, D.F. Neradovskii, A.V. Strokova, Russ. Phys. J., **57** (9), 1179 (2015). DOI: 10.1007/s11182-015-0360-9].
- [11] K. Muratov, V. Novikov, D. Neradovsky, R. Sokolov, AIP Conf. Proc., **2053**, 030045 (2018). DOI: 10.1063/1.5084406
- [12] С.Б. Масленников, А.И. Ляпунов, В.М. Зинченко, Б.К. Ушаков, *Энциклопедический справочник термиста-технолога* (Наука и технологии, М., 2004), т. 2, с. 373.
- [13] В.Т. Трощенко, Л.А. Сосновский, *Сопротивление усталости металлов и сплавов. Справочник* (Наук. думка, Киев, 1987), ч. 2, с. 714.
- [14] С.В. Вонсовский, Я.С. Шур, *Ферромагнетизм* (ОГИЗ, М.–Л., 1948).
- [15] В.Ф. Новиков, М.С. Бахарев, *Магнитная диагностика механических напряжений в ферромагнетиках* (Вектор Бук, Тюмень, 2001), с. 145.
- [16] А.И. Улянов, Е.П. Елсуков, А.А. Чулкина, А.В. Загайнов, Н.Б. Арсентьева, Г.Н. Коныгин, В.Ф. Новиков, В.В. Исаков, Дефектоскопия, № 7, 40 (2006). [A.I. Ul'yanov, E.P. Elsukov, A.A. Chulkina, A.V. Zagainov, N.B. Arsent'eva, G.N. Konygin, V.F. Novikov, V.V. Isakov, Russ. J. Nondestruct. Test., **42** (7), 452 (2006). DOI: 10.1134/S1061830906070047].
- [17] Г.В. Бида, А.П. Ничипурук, *Магнитные свойства термообработанных сталей* (УрО РАН, Екатеринбург, 2005), с. 196.
- [18] А.В. Макаров, Р.А. Саврай, В.М. Счастливцев, Т.И. Табачикова, И.Л. Яковлева, Л.Ю. Егорова, Физика металлов и металловедение, **111** (1), 97 (2011). [A.V. Makarov, R.A. Savrai, V.M. Schastlivtsev, T.I. Tabatchikova, I.L. Yakovleva, L.Yu. Egorova, Phys. Metals Metallogr., **111** (1), 95 (2011). DOI: 10.1134/S0031918X11010091].