

Министерство науки и высшего образования Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II»

На правах рукописи

Хузнахметов Руслан Маратович



ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ НА ФАЗОВЫЕ
ПРЕВРАЩЕНИЯ В ПОВЕРХНОСТНОМ СЛОЕ МАТЕРИАЛОВ
НЕФТЕГАЗОВОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.6.17. Материаловедение

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, доцент
Вологжанина С.А.

Санкт-Петербург – 2026

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР И ОБОСНОВАНИЕ ЦЕЛИ И ЗАДАЧ ИССЛЕДОВАНИЯ ЛАЗЕРНОГО МАРКИРОВАНИЯ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ.....	14
1.1 Материалы изделий нефтегазового и криогенного назначения и особенности их технологической обработки	14
1.2 Влияние технологических операций локального высокотемпературного воздействия на работоспособность аустенитных коррозионностойких сталей	17
1.3 Назначение и требования к маркировке изделий нефтегазового и криогенного назначения.....	21
1.4 Структурно-фазовые превращения в аустенитных сталях при локальном высокотемпературном воздействии и технологические ограничения	25
1.5 Современные способы маркировки металлов и сравнительная оценка их применимости	30
1.6 Физические основы взаимодействия лазерного излучения с металлической поверхностью при формировании маркировки	35
1.7 Современные лазерные технологии формирования управляемого рельефа на металлических материалах.....	41
1.8 Управляемое перераспределение расплава как технологическая основа формирования выпуклой рельефной маркировки	46
1.9 Выводы по главе 1	51
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	56
2.1 Материалы для исследований.....	56
2.2 Оборудование для лазерной обработки	56
2.3 Измерение геометрических параметров рельефа	58
2.4 Исследование микроструктуры в зоне лазерной обработки.....	58
2.5 Исследование фазового состава.....	59
2.6 Элементный анализ	60

2.7 Исследование микротвёрдости	61
2.8 Испытания в камере соляного тумана.....	61
2.9 Электрохимические исследования	63
2.10 Оценка стойкости выпуклой рельефной маркировки к абразивному износу. 67	
2.11 Методика исследования получения выпуклого рельефа перераспределением расплава.....	70
2.12 Выводы по главе 2.....	71
ГЛАВА 3 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ВЫПУКЛОГО РЕЛЬЕФА МЕТОДОМ ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЯ РАСПЛАВА.....	73
3.1 Экспериментальная оценка влияния параметров лазерного излучения на динамику перераспределения расплава и формирование выпуклого рельефа	73
3.1.1 Выбор параметров лазерного излучения и режимов обработки поверхности	73
3.1.2 Планирование эксперимента для оценки влияния параметров траектории сканирования лазерного луча на геометрию выпуклого рельефа.....	81
3.1.3 Обработка результатов эксперимента и получение математической зависимости.....	83
3.2 Возможность применения разработанных режимов лазерной обработки при сварке тонкостенных изделий.....	91
3.3 Выводы по главе 3.....	94
ГЛАВА 4 ВЛИЯНИЕ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНО- ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И СВОЙСТВА В ЗОНЕ СФОРМИРОВАННОГО ВЫПУКЛОГО РЕЛЬЕФА.....	96
4.1 Исследование элементного состава поверхности в зоне сформированного выпуклого рельефа.....	96
4.1.1 Элементный состав выпуклого рельефа сформированного за один цикл обработки	96
4.1.2 Элементный состав выпуклого рельефа сформированного за два цикла обработки	101

4.1.3 Сравнительный анализ элементного состава выпуклого рельефа после одного и двух циклов обработки	106
4.2 Анализ фазового состава в зоне сформированного выпуклого рельефа.....	107
4.3 Исследование микротвёрдости в зоне сформированного выпуклого рельефа	113
4.4 Исследование микроструктуры в зоне сформированного выпуклого рельефа	116
4.5 Выводы по главе 4.....	118
ГЛАВА 5 КОМПЛЕКСНАЯ ОЦЕНКА ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ВЫПУКЛОЙ РЕЛЬЕФНОЙ МАРКИРОВКИ	121
5.1 Оценка коррозионной стойкости выпуклой рельефной маркировки.....	121
5.1.1 Оценка коррозионной стойкости выпуклой рельефной маркировки в камере соляного тумана.....	121
5.1.2 Электрохимическая оценка коррозионной стойкости выпуклой рельефной маркировки.....	123
5.2 Оценка стойкости выпуклой рельефной маркировки к абразивному износу.	127
5.3 Выводы по главе 5.....	135
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	137
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ	139
ПРИЛОЖЕНИЕ А Свидетельство о государственной регистрации базы данных	159
ПРИЛОЖЕНИЕ Б Акт о внедрении результатов исследования	160

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

Нефтегазовое и криогенное оборудование, в том числе предназначенное для хранения и транспорта СПГ (цистерны, трубопроводы, элементы авто- и железнодорожного транспорта, сосуды и баллоны, работающие под давлением), эксплуатируется в сложных атмосферных условиях при переменных температурах от -160 до $+60$ °С, повышенной влажности и воздействии коррозионно-активных сред. В этих условиях возрастают требования как к надёжности изделий из конструкционных материалов и соединений, так и к сохранению идентификационной информации на поверхности деталей на протяжении всего жизненного цикла – от изготовления и сборки до эксплуатации, включая сервисные работы. Для обеспечения работоспособности в указанных условиях применяются аустенитные коррозионностойкие стали, сочетающие комплекс заданных свойств, в том числе в широком температурном диапазоне. Однако при технологических операциях изготовления и сборки (прежде всего при сварке и других видах локального высокотемпературного нагрева) в поверхностном слое и зоне термического влияния могут происходить структурно-фазовые процессы. При этом возможно выделение карбидов типа $M_{23}C_6$, преимущественно по границам зёрен, образование σ -фазы и δ -феррита. Также при импульсном лазерном воздействии, сочетающем термический цикл с кратковременными механическими (ударно-волновыми) нагрузками, и последующем охлаждении возможно образование ϵ -мартенсита. Лазерная обработка может быть перспективной для решения данных проблем, поскольку она характеризуется высокой локальностью воздействия и широким диапазоном параметров, позволяя целенаправленно формировать термический цикл и, тем самым, предотвращать нежелательные структурно-фазовые превращения. Кроме того, при соответствующем подборе параметров лазерного излучения появляется возможность формирования выпуклого рельефа, который может быть использован в качестве маркировки. Ключевыми требованиями к технологиям маркирования выступают долговечность и читаемость обозначений при

отсутствии негативного влияния на работоспособность изделия. В зоне маркировки не должны формироваться опасные концентраторы напряжений, микродефекты и нарушения сплошности поверхности, недопустимые для ответственных элементов, работающих под давлением. При этом традиционные решения либо недостаточно стойки (таблички, наклейки и др.), либо потенциально снижают надёжность из-за локального повреждения поверхности (клеймение, глубокая механическая гравировка и аналогичные методы). Помимо всего прочего, со стороны производителей оборудования существует запрос на выпуклую, износостойкую и тактильно различимую (осязаемую) маркировку, сохраняющую читаемость и функциональность при транспортировке, монтаже и обслуживании оборудования.

Таким образом, актуальность диссертационной работы определяется необходимостью получения долговечной маркировки на аустенитных сталях при одновременном контроле структурно-фазового состояния, износостойкости и коррозионной стойкости. Разработка воспроизводимой технологии лазерного формирования выпуклой рельефной маркировки для изделий нефтегазового и криогенного назначения, с углублённым пониманием процессов тепло- и массопереноса, перераспределением расплава и последующих структурно-фазовых превращениях при лазерном воздействии создаёт основу для расширения области применения лазерной обработки аустенитных сталей не только в сварочных/сборочных операциях, но и для других технологических задач локальной модификации поверхности.

Степень разработанности темы исследования

Проблемам лазерной обработки металлических материалов, включая лазерную маркировку, структурирование поверхности и поверхностный переплав, посвящён значительный массив отечественных и зарубежных исследований. Вопросы влияния параметров лазерной обработки на формирование маркировки на различных видах материалов рассматривались в работах М. Švantner, М. Kušera, Е.М. Westin, Р. Laakso и др., где показано, что увеличение тепловложения и особенности формирования оксидных слоёв могут приводить к изменению

пассивного состояния и снижению коррозионной стойкости в зоне маркировки. Существенный вклад в развитие научных основ лазерной микрообработки и маркировки, а также в изучение механизмов формирования и управляемого роста оксидных плёнок внесён работами В.П. Вейко. В отечественной литературе также представлены исследования по читаемости лазерной маркировки в зависимости от параметров обработки и состояния поверхности (Е.И. Пряхин, А.П. Петкова). Однако в большинстве современных публикаций вопросы управляемого формирования выпуклого рельефа в фазе локального плавления и переплава для задач маркирования изделий практически не рассматриваются.

В последние годы заметное внимание уделяется технологиям получения выступающих элементов и текстур без добавления присадочных материалов при многократных проходах энергетического луча. К данному направлению относятся подходы технологии Surfi-Sculpt, разработанные в TWI (A.L. Buxton, B.G.I. Dance), а также исследования лазерной реализации процесса (P. Hilton, L. Nguyen) и работы, раскрывающие роль нестабильностей ванны расплава и параметров тепловложения в формирование выступов (C. Earl, P. Hilton, W. O'Neill). Близкими по физической логике являются исследования по структурированию поверхности (WaveShape), путем расплавления и перераспределения расплава без абляции (A. Temmler). Вместе с тем значительная часть этих публикаций ориентирована на функциональное текстурирование (смачиваемость, теплообмен, трибологические свойства, соединение разнородных материалов) и не решают проблему формирования выпуклой рельефной маркировки на аустенитных сталях с комплексной оценкой структурно-фазовых превращений и сохранением эксплуатационных свойств зоны воздействия.

Таким образом, научная база по лазерной обработке и модификации поверхностного слоя в целом сформирована, однако остаётся недостаточно изученным комплекс вопросов, относящихся к обработке аустенитных коррозионностойких сталей. Недостаточность проявляется в ограниченном числе системных исследований, связывающих параметры лазерного излучения и стратегию обработки со структурно-фазовыми превращениями в поверхностном

слое, эксплуатационными свойствами зоны обработки – прежде всего коррозионной стойкостью и устойчивостью рельефа к внешним воздействиям.

Объект исследования - технология поверхностной лазерной обработки изделий из аустенитной стали.

Предмет исследования - управление перераспределением расплава и фазовыми превращениями при поверхностной лазерной обработке изделий из стали 12X18H10T.

Цель работы - разработка технологии лазерной обработки, сохраняющей аустенитную структуру, предотвращающей выделение карбидов $Cr_{23}C_6$ по границам зёрен, образование σ -фазы и δ -феррита и позволяющей получать выпуклую рельефную маркировку с требуемым комплексом эксплуатационных свойств на изделиях нефтегазового и криогенного оборудования.

Идея работы заключается в обеспечении сохранения аустенитной структуры в поверхностном слое изделий из стали 12X18H10T в ходе формирования выпуклой рельефной маркировки с требуемыми эксплуатационными свойствами за счёт выбора режима импульсной лазерной обработки и стратегии сканирования.

Задачи исследования

Поставленная в работе цель достигается решением следующих задач:

1. Проведение научного анализа литературных источников, посвященных выбору способа поверхностной обработки материалов оборудования нефтегазового комплекса и криогенной техники, позволяющих получить маркировку с высокой идентификационной способностью в течение всего срока службы.

2. Определение влияния параметров импульсной лазерной обработки волоконным наносекундным инфракрасным лазером ($\lambda = 1064$ нм) на динамику перемещения расплава и формирование выпуклого рельефа.

3. Установление закономерностей влияния параметров импульсной лазерной обработки и стратегии сканирования на динамику перемещения расплава и формирование геометрии выпуклого рельефа.

4. Проведение исследований структурно-фазового и химического состава в зоне сформированного выпуклого рельефа.

5. Проведение оценки коррозионной стойкости зоны выпуклой рельефной маркировки на изделиях из стали 12Х18Н10Т по результатам электрохимических исследований и ускоренных коррозионных испытаний в камере соляного тумана (КСТ).

6. Проведение оценки устойчивости выпуклой рельефной маркировки к внешним механическим воздействиям по результатам испытаний на абразивное изнашивание, включая анализ сохранности геометрии рельефа и визуальной читаемости маркировки.

7. Разработка рекомендаций по применению разработанной технологии формирования выпуклой рельефной маркировки изделий из стали 12Х18Н10Т, а также возможности применения лазерной обработки при сварке тонкостенных изделий из стали 12Х18Н10Т.

Научная новизна работы:

1. Установлены закономерности влияния параметров импульсной лазерной обработки наносекундной длительности и стратегии сканирования на формирование выпуклого рельефа на поверхности стали 12Х18Н10Т в режиме управляемого перераспределения расплава, при незначительной абляции, включая влияние траектории сканирования, энергии и степени перекрытия импульсов и числа циклов обработки на геометрические характеристики рельефа.

2. Доказана возможность сохранения аустенитной структуры, а также предотвращения процессов выделения карбидов $Cr_{23}C_6$ по границам зёрен, образования σ -фазы и δ -феррита на поверхности изделий из стали 12Х18Н10Т при выбранных режимах лазерной обработки.

3. Экспериментально установлена зависимость высоты рельефа, формируемого на поверхности стали 12Х18Н10Т в результате лазерной обработки

методом перераспределения расплава, от параметров траектории сканирования и количества циклов обработки.

Соответствие паспорту специальности

Полученные научные результаты соответствуют паспорту специальности 2.6.17. Материаловедение по пунктам: п. 1. «Разработка новых металлических, неметаллических, гетерогенных и композиционных материалов, в том числе капиллярно-пористых, с заданным комплексом свойств путем установления фундаментальных закономерностей влияния дисперсности, состава, структуры, технологии, а также эксплуатационных и иных факторов на функциональные свойства материалов. Теоретические и экспериментальные исследования фундаментальных связей состава и структуры металлических, неметаллических материалов и композитов с комплексом физико-механических и эксплуатационных свойств с целью обеспечения надежности и долговечности деталей, изделий, машин и конструкций (химической, нефтехимической, энергетической, машиностроительной, медицинской, легкой, текстильной, строительной областей промышленности)», п. 4. «Установление закономерностей и критериев оценки разрушения металлических, неметаллических, и композиционных материалов и функциональных покрытий от действия механических нагрузок и внешней среды», п. 8. «Разработка способов повышения коррозионной стойкости металлических, неметаллических и композиционных материалов в различных условиях эксплуатации».

Теоретическая и практическая значимость работы:

1. Разработаны технологические рекомендации по выбору режимов наносекундной ИК-лазерной обработки малой мощности для аустенитных коррозионностойких сталей, обеспечивающие формирование выпуклой рельефной маркировки в условиях обработки без применения защитных газов и присадочной проволоки.

2. Практическая реализация результатов позволяет обеспечить сохранность и считываемость выпуклой рельефной маркировки в условиях, характерных для эксплуатации оборудования нефтегазового и криогенного назначения.

Коррозионная стойкость и сохранность рельефа/читаемости подтверждены результатами электрохимических исследований, испытаний в камере соляного тумана, испытаний на истирание и визуальной оценки читаемости маркировки.

3. Зарегистрирована база данных «База данных теплофизических и оптических параметров металлов для подбора режимов лазерной обработки», что подтверждается свидетельством о государственной регистрации базы данных № 2024624959 Российской Федерации от 06.11.2024 (Приложение А).

4. Материалы диссертации приняты к внедрению в ООО «Лазерный Центр» (акт от 12.05.2025, утверждён Генеральным директором Горным С.Г.) в виде рекомендаций по параметрам лазерной обработки коррозионностойкой стали 12X18H10T при маркировке деталей оборудования нефтегазового комплекса и изделий машиностроения (Приложение Б).

5. Показана возможность распространения полученных результатов поверхностной лазерной обработки на технологии лазерной сварки тонкостенных листовых заготовок аустенитных коррозионностойких сталей.

Методология и методы исследования.

Проведение исследований осуществлялось в соответствии с системным подходом, основанным на современных представлениях о тепло- и массопереносе и структурно-фазовых превращениях в металлах при локальном импульсном лазерном воздействии, а также с применением методов планирования эксперимента и статистической обработки результатов.

Экспериментальные исследования включали импульсную лазерную обработку образцов из стали 12X18H10T на комплексе МиниМаркер 2 (волоконный лазер, длина волны 1064 нм, длительность импульса в наносекундном диапазоне) с варьированием мощности излучения, частоты следования импульсов, скорости сканирования, шага обработки и числа циклов. Структурно-фазовое состояние и свойства поверхностного слоя в зоне лазерного воздействия оценивали методами оптической металлографии и контроля геометрии рельефа (Zeiss Axio Observer 3), измерения микротвёрдости по Виккерсу, рентгенофазового анализа (Rigaku UltimaIV, $\text{CuK}\alpha$) и локального

химического анализа методом сканирующей электронной микроскопии с энергодисперсионной спектроскопией (Tescan Mira 3). Эксплуатационные свойства зоны маркировки определяли ускоренными коррозионными испытаниями в камере соляного тумана (КСТ) по ГОСТ 9.308-85 и ASTM B117, электрохимическими испытаниями методом потенциодинамической поляризации в 5% растворе хлорида натрия на потенциостате VersaSTAT 4, а также испытаниями на абразивное изнашивание и сохранность маркировки по ASTM G65.

Положения, выносимые на защиту:

1. Формирование выпуклого рельефа на поверхности стали 12X18H10T достигается при лазерной обработке в режиме управляемого перераспределения расплава, реализуемом при энергии импульса 0,225 мДж и степени перекрытия импульсов 99,58 %.

2. Разработанные режимы лазерной обработки позволяют сохранить аустенитную структуру, предотвратить выделение карбидов $Cr_{23}C_6$ по границам зёрен, образование σ -фазы и δ -феррита в зоне лазерного воздействия, что обеспечивает структурную стабильность и требуемые эксплуатационные свойства выпуклой рельефной маркировки.

Степень достоверности результатов исследования обусловлена необходимым объёмом методов математического планирования эксперимента, использованием стандартных методов исследований, достаточным объёмом экспериментальных исследований на сертифицированном и поверенном оборудовании, а также апробацией результатов исследований на всероссийских и международных конференциях и публикациях в рецензируемых изданиях.

Апробация результатов диссертации проведена на 6 научно-практических мероприятиях с докладами, в том числе на 5 международных. За последние 3 года принято участие в 6 научно-практических мероприятиях с докладами, в том числе на 5 международных: Всероссийская научная конференция с международным участием «Невская фотоника-2023» (г. Санкт-Петербург, 2023 г.); Международный семинар «Нанопластика и Наноматериалы» (г. Санкт-

Петербург, 2023 г.); XVI Международная научно-техническая конференция «Современные проблемы машиностроения» (г. Томск, 2023 г.); Международный семинар «Наноп физика и Наноматериалы» (г. Санкт-Петербург, 2024 г.); Международная научно-техническая конференция «Новые технологии и материалы, автоматизация производства» (г. Брест, 2025 г.); Международная научно-практическая конференция им. Д.И. Менделеева (г. Тюмень, 2025 г.).

Личный вклад автора заключается в постановке цели и задач диссертационного исследования, анализе отечественных и зарубежных источников, в выборе рациональных режимов за счет установления зависимостей геометрии выпуклого рельефа от параметров импульсной лазерной обработки; проведении комплекса экспериментальных исследований структурно-фазового состояния и химического состава, локальных механических свойств в зоне сформированного выпуклого рельефа, эксплуатационных свойств зоны маркировки; обработке и интерпретации результатов, формулировании выводов и положений, выносимых на защиту.

Публикации. Результаты диссертационного исследования в достаточной степени освещены в 8 печатных работах (пункты списка литературы № 2, 8, 9, 10, 21, 26, 75, 134), в том числе в 2 статьях - в изданиях из перечня рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук (далее – Перечень ВАК), в 3 статьях - в изданиях, входящих в международную базу данных и систему цитирования Scopus. Получено 1 свидетельство о государственной регистрации базы данных. (Приложение А, пункт списка литературы № 24).

Структура работы

Диссертация состоит из оглавления, введения, 5 глав с выводами по каждой из них, заключения, списка литературы, включающего 145 наименований, и 2 приложений. Диссертация изложена на 160 страниц машинописного текста, содержит 55 рисунков и 16 таблиц.

ГЛАВА 1 АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР И ОБОСНОВАНИЕ ЦЕЛИ И ЗАДАЧ ИССЛЕДОВАНИЯ ЛАЗЕРНОГО МАРКИРОВАНИЯ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ

1.1 Материалы изделий нефтегазового и криогенного назначения и особенности их технологической обработки

Изделия нефтегазового и криогенного назначения эксплуатируются в условиях воздействия низких и переменных температур, механических нагрузок, влажной атмосферы, конденсации влаги и коррозионно-активных сред [28]. К таким изделиям относятся резервуары, трубопроводы, арматура, сосуды, работающие под давлением, элементы транспортных систем и вспомогательное оборудование. В связи с этим к материалам предъявляется комплекс требований, включающий сохранение прочности, пластичности и вязкости разрушения при пониженных температурах, коррозионную стойкость, технологичность изготовления, а также способность сохранять работоспособность после сварки, локального нагрева и других технологических воздействий [44;89;119].

Для указанных условий в промышленности применяются никелевые стали, алюминиевые сплавы и аустенитные коррозионностойкие стали. При этом именно аустенитные хромоникелевые стали занимают особое место благодаря высокой пластичности, отсутствию выраженного хладноломкого перехода и хорошей свариваемости. Для эксплуатации в условиях низких температур наибольшее распространение получили стали по классификации AISI марок 304, 304L, 316, 316L, 316LN, а также, в ряде случаев, стабилизированные титаном стали AISI 321 и AISI 316Ti. В российской системе обозначений им соответствуют близкие по химическому составу и эксплуатационным свойствам стали 08X18H10, 03X18H11, 03X17H14M2, 03X17H14M3, 10X17H13M2T, а для стали AISI 321 – стабилизированные титаном стали 08X18H10T и 12X18H10T. Их применение обусловлено сочетанием коррозионной стойкости и способности сохранять работоспособность в криогенном диапазоне температур [46;89;119].

Для настоящей работы принципиальный интерес представляет аустенитная коррозионностойкая сталь 12X18H10T, являющаяся близким аналогом стали AISI 321 по химическому составу и основным эксплуатационным свойствам. Данный материал широко используется в элементах оборудования химической, нефтегазовой и энергетической промышленности благодаря сочетанию коррозионной стойкости, технологичности и достаточной структурной стабильности. Стабилизация титаном направлена на связывание углерода в более устойчивые соединения, что уменьшает склонность стали к выделению карбидов хрома по границам зёрен [45;74]. Однако стабилизация не устраняет полностью чувствительность материала к условиям термического воздействия, вследствие чего свойства стали определяются не только химическим составом, но и параметрами последующих технологических операций [26;58;59].

Особенности технологической обработки изделий из аустенитных коррозионностойких сталей связаны с тем, что конечное состояние материала формируется под действием горячей и холодной деформации, термической обработки, сварки, правки, ремонта и других локальных тепловых воздействий. Для стали 08X18H10T показано, что режимы стабилизации и последующего нагрева существенно влияют на микроструктуру и механические свойства, в том числе на состояние выделений вторичных фаз и прочностные характеристики [58;59]. Для сталей типа AISI 321 также установлено, что размер зерна и предшествующая пластическая деформация способны заметно влиять на коррозионное поведение в солевых средах [45;74;91]. Следовательно, при выборе материала для ответственных изделий необходимо учитывать не только исходные свойства, но и устойчивость к технологическим воздействиям, сопровождающим изготовление и эксплуатацию. Хотя такие материалы традиционно рассматриваются как надёжные для эксплуатации при низких температурах, их поведение определяется не только температурой эксплуатации, но и структурным состоянием, сформированным в процессе предшествующей технологической обработки. Показано, что протекающие в ней структурные процессы существенно зависят от температурно-деформационных условий, что необходимо учитывать

при операциях изготовления и локального нагрева. В связи с этим для изделий нефтегазового и криогенного назначения особенно важно, чтобы последующие операции поверхностной обработки не вызывали неблагоприятных изменений структуры поверхностного слоя [26;109;113].

Для оборудования нефтегазового и криогенного назначения данное положение имеет принципиальное значение, поскольку в процессе изготовления и сборки неизбежно выполняются операции сварки, локального ремонта, поверхностной обработки и маркирования. Все перечисленные воздействия могут изменять структуру и свойства поверхностного слоя [44]. Следовательно, материал для таких изделий должен оцениваться не только с точки зрения низкотемпературной прочности и коррозионной стойкости, но и с позиции устойчивости к локальному высокотемпературному воздействию [74]. Именно поэтому для стали 12Х18Н10Т представляет интерес разработка таких методов поверхностной обработки, которые обеспечивали бы формирование требуемой геометрии поверхности без нарушения структурной стабильности материала [45;58;59].

Наряду с аустенитными сталями в смежных исследованиях лазерной обработки целесообразно учитывать и цветные сплавы, прежде всего латуни. Латунь не является основным конструкционным материалом для рассматриваемых изделий нефтегазового и криогенного назначения, однако она представляет интерес как дополнительный материал для изучения общих закономерностей взаимодействия металла с лазерным излучением. Это связано с её высокой отражательной способностью, теплопроводностью и чувствительностью к режимам плавления, абляции и полирования. В работах по лазерному полированию и абляции латуней показано, что изменение параметров обработки существенно влияет на качество поверхности, характер перераспределения расплава и переход между режимами плавления и удаления материала. Эти результаты имеют вспомогательное методическое значение и позволяют лучше интерпретировать общие физические закономерности лазерной

обработки металлов, хотя прямой перенос режимов, полученных для латуни, на аустенитные стали является некорректным [21;133;134].

Таким образом, анализ материалов, применяемых для изделий нефтегазового и криогенного назначения, показывает, что аустенитные коррозионностойкие стали, и прежде всего 12X18H10T, являются обоснованным выбором для ответственных элементов оборудования, эксплуатируемых в широком температурном интервале и в условиях воздействия коррозионно-активных сред. Вместе с тем особенности их технологической обработки требуют применения таких локальных методов воздействия, которые обеспечивали бы формирование требуемого рельефа поверхности без развития неблагоприятных структурных изменений. Это определяет необходимость дальнейшего рассмотрения влияния технологических операций локального высокотемпературного воздействия на работоспособность аустенитных коррозионностойких сталей.

1.2 Влияние технологических операций локального высокотемпературного воздействия на работоспособность аустенитных коррозионностойких сталей

Работоспособность аустенитных коррозионностойких сталей в составе нефтегазового и криогенного оборудования определяется не только их исходным химическим составом и структурой, но и характером локальных тепловых и термомеханических воздействий, которым материал подвергается в процессе изготовления, сборки, ремонта и сервисного обслуживания [54]. Для данной группы сталей наибольшее значение имеют технологические операции, сопровождающиеся локальным нагревом до высоких температур и последующим неравномерным охлаждением, в том числе сварка, повторный провар, ремонтная подварка, локальная термическая правка, наплавка, резка и различные виды концентрированного поверхностного нагрева [56]. Именно такие процессы формируют выраженную температурную неоднородность в поверхностном слое и зоне термического влияния, что может приводить к изменению микроструктуры,

остаточного напряжённого состояния и коррозионного поведения материала [8;26;132].

Одним из ключевых технологических факторов является тепловложение. Для сварных соединений аустенитных коррозионностойких сталей показано, что изменение тепловложения влияет на морфологию шва и зоны термического влияния, содержание и распределение δ -феррита, уровень остаточных напряжений и коррозионную стойкость. На примере стали AISI 304L установлено, что увеличение тепловложения сопровождается изменением фазового состава сварного соединения и может приводить к ухудшению коррозионной стойкости отдельных зон [26;54]. Аналогично, при многопроходной сварке и повторных сварочных циклах свойства сварного соединения определяются не только параметрами последнего прохода, но и всей совокупностью предшествующих термических воздействий, влияющих на размер зерна, перераспределение легирующих элементов и локальную электрохимическую неоднородность [8;92;122]. Следовательно, при оценке работоспособности аустенитных сталей необходимо учитывать не только сам факт нагрева, но и его интенсивность, длительность и повторяемость.

Особенно наглядно влияние повторных локальных нагревов проявляется при ремонтной сварке. Для стали AISI 304L показано, что повторные ремонтные проходы изменяют текстуру, микроструктуру, ударную вязкость и коррозионные свойства материала, а повторное тепловое воздействие на одну и ту же область может приводить к накоплению неблагоприятных структурных изменений [56]. Аналогичные эффекты установлены и для стали AISI 316L, где многократная ремонтная сварка сопровождалась изменением микроструктуры, механических свойств и коррозионного поведения сварных соединений [132]. Для разнородных соединений с участием стали SUS304 также показано, что первичная и вторичная ремонтная сварка влияют на размер зерна, морфологию δ -феррита и характеристики межкристаллитной коррозии [8;122]. Эти результаты имеют принципиальное значение для оборудования нефтегазового комплекса, поскольку в реальных условиях эксплуатации ремонтные операции нередко оказываются

неизбежными, а повторное локальное тепловое воздействие может снижать долговечность наиболее ответственных зон изделия.

Существенную роль играет и состояние поверхности после локального нагрева. Для сварных соединений коррозионностойких сталей известно, что образование тепловых оксидов и так называемых цветов побежалости может заметно снижать коррозионную стойкость даже в тех случаях, когда макрогеометрия шва остаётся удовлетворительной [92;142]. Показано, что термически сформированный оксидный слой в зоне сварки на стали AISI 316L является более пористым и менее защитным по сравнению с исходной пассивной плёнкой, вследствие чего повышается склонность материала к коррозионному и коррозионно-механическому разрушению [57;137]. Более ранние исследования также подтвердили, что сварка изменяет состав и свойства пассивной оксидной плёнки на поверхности AISI 316L, что отрицательно сказывается на её защитной способности [137]. Следовательно, применительно к аустенитным сталям высокотемпературное воздействие необходимо рассматривать не только как источник структурных превращений в объёме металла, но и как фактор, изменяющий состояние поверхности и устойчивость пассивного слоя.

Для аустенитных сталей типа AISI 321 и 12X18H10T особое значение имеют процессы сенсбилизации и связанного с ней снижения межкристаллитной коррозионной стойкости. Несмотря на стабилизацию титаном, при неблагоприятном термическом цикле в материале могут развиваться процессы, связанные с выделением карбидов по границам зёрен и локальным обеднением приграничных участков хромом. Электрохимические исследования стали AISI 321H показали, что режимы стабилизации и последующей выдержки существенно влияют на степень межкристаллитной коррозионной чувствительности [27]. С кристаллографической точки зрения установлено, что склонность сенсбилизированных аустенитных сталей к межкристаллитной коррозии определяется не только химическим составом, но и характером самих границ зёрен [47;69]. Это означает, что локальный нагрев в ходе технологических

операций следует оценивать с позиции вероятности формирования приграничных областей, чувствительных к межкристаллитному разрушению.

Ещё одним важным следствием локального высокотемпературного воздействия является возможность развития фазовых превращений, ухудшающих механические и коррозионные свойства материала. Для стали AISI 321 показано, что при термическом старении возможно образование σ -фазы, сопровождающееся снижением ударной вязкости и ухудшением стойкости к межкристаллитной коррозии [8;118]. Кроме того, влияние δ -феррита в стали 321 носит неоднозначный характер: с одной стороны, его присутствие может способствовать формированию качественного сварного шва, с другой – наличие δ -феррита и его последующая эволюция способны изменять характер коррозионного растрескивания и общее коррозионное поведение материала [7]. Для сварных соединений стали AISI 316N также показано, что локальный тепловой цикл и фазовый состав сварного металла оказывают заметное влияние на питтинговую стойкость и склонность к коррозионному растрескиванию [8;136]. Следовательно, зона локального нагрева в аустенитной стали представляет собой потенциально нестабильную область, в которой даже ограниченное по времени воздействие способно инициировать процессы, значимые для дальнейшей эксплуатации.

Для стабилизированных титаном сталей, эксплуатируемых при повышенных температурах, дополнительную опасность представляют трещинообразование и деградация свойств в зоне сварного соединения после изготовления. На примере стали TP321H показано, что сварные зоны при высокотемпературной эксплуатации могут становиться очагами повреждаемости, а локальные структурные изменения, возникающие после сварки, оказываются определяющими для последующего растрескивания трубопроводов. Это позволяет сделать более общий вывод: технологические операции локального высокотемпературного воздействия следует рассматривать не как нейтральные стадии изготовления, а как процессы, формирующие долговременное состояние материала и влияющие на ресурс изделия [101].

Таким образом, анализ литературных данных показывает, что аустенитные коррозионностойкие стали чувствительны к локальным высокотемпературным технологическим воздействиям. Наиболее существенное влияние на их работоспособность оказывают тепловложение, повторяемость локальных нагревов, состояние поверхности после обработки, эволюция δ -феррита, склонность к сенсбилизации и возможность образования вторичных фаз. Для изделий нефтегазового и криогенного назначения это означает, что любая локальная поверхностная технология, включая технологию нанесения маркировки, должна оцениваться с учётом её влияния на микроструктуру, фазовый состав, пассивное состояние поверхности и коррозионно-механическую надёжность материала. Данное положение определяет необходимость более детального рассмотрения структурно-фазовых превращений в аустенитных сталях при локальном высокотемпературном воздействии.

1.3 Назначение и требования к маркировке изделий нефтегазового и криогенного назначения

Маркировка изделий нефтегазового и криогенного назначения выполняет не только информационную, но также идентификационную, технологическую и эксплуатационную функции [80]. Для труб, сосудов, резервуаров, трубопроводной арматуры, транспортных ёмкостей и других ответственных элементов маркировка обеспечивает прослеживаемость материала и изделия, подтверждение соответствия нормативным требованиям, а также возможность сопоставления изделия с сертификатами, результатами контроля и данными о проведённых ремонтных работах. Для трубной продукции требования к маркировке и идентификации непосредственно связаны с обеспечением прослеживаемости в системах трубопроводного транспорта, а для сосудов и криогенных ёмкостей – с безопасной эксплуатацией, контролем параметров и корректной идентификацией объекта на всех стадиях жизненного цикла [63;78;65].

В современных условиях значение маркировки дополнительно возрастает в связи с необходимостью обеспечения цифровой прослеживаемости оборудования и его компонентов. Для нефтегазовой отрасли методы идентификации рассматриваются как составная часть системы управления жизненным циклом изделий, контроля поставок, сервисного обслуживания и предотвращения эксплуатационных ошибок. В литературе отмечается, что надёжная идентификация элементов оборудования является важным условием их интеграции в цифровые системы учёта и мониторинга, особенно в распределённых и удалённых производственных системах [30]. Это имеет особое значение для нефтегазового и криогенного оборудования, которое в процессе изготовления, хранения, транспортирования и эксплуатации может многократно перемещаться между производственными площадками, складами, транспортными узлами и эксплуатационными объектами.

С инженерной точки зрения маркировка изделий нефтегазового и криогенного назначения должна удовлетворять ряду основных требований. Во-первых, она должна быть долговечной и сохранять читаемость в течение всего срока службы изделия. Во-вторых, маркировка должна быть устойчивой к воздействию влаги, солевых аэрозолей, перепадов температур, механического истирания, загрязнений, очистки поверхности и эксплуатационных сред. В-третьих, она не должна ухудшать работоспособность изделия, формировать опасные концентраторы напряжений, надрезы, трещины, зоны перегрева или участки с пониженной коррозионной стойкостью. Наконец, для современного производства важны технологичность нанесения, возможность автоматизации, гибкость изменения информации и пригодность маркировки к машиночитыванию [76]. В сравнительных исследованиях методов маркировки показано, что качество кода или обозначения определяется не только геометрией символа, но и состоянием поверхности, контрастом, шероховатостью и стойкостью маркировки к последующим технологическим и эксплуатационным воздействиям [43;65;66].

Существующие способы маркировки металлических изделий можно условно разделить на временные и постоянные. К временным способам относят краску, наклейки, бирки и иные средства обозначения, удобные на стадии внутрипроизводственной логистики, но не обеспечивающие требуемой долговечности в реальных условиях эксплуатации. Для ответственных изделий нефтегазового и криогенного назначения такие способы не могут рассматриваться как универсальные, поскольку обладают недостаточной стойкостью к воздействию влаги, загрязнений, механического изнашивания и атмосферной коррозии. Постоянные способы – механическое клеймение, ударно-точечное, электрохимическое и лазерное маркирование – обеспечивают более высокую устойчивость, однако существенно различаются по влиянию на материал и пригодности для ответственных изделий [43;48]. В сравнительном исследовании маркировки литых деталей показано, что лазерная и ударно-точечная маркировка обеспечивают высокий контраст, однако при последующих технологических воздействиях качество кодов может заметно изменяться, тогда как электрохимическая маркировка оказывается чувствительной к исходной топографии поверхности [43].

Для ответственных металлических изделий особое значение имеет требование минимального влияния маркировки на состояние поверхностного слоя. Механические способы, основанные на вдавливании или удалении материала, могут сопровождаться локальной пластической деформацией, образованием надрезов и повышением чувствительности к зарождению трещин. Для лазерной маркировки аналогичная проблема проявляется в иной форме: при нерациональном выборе параметров обработки возможно локальное плавление, образование трещин, оксидных слоёв, изменение микроструктуры и снижение усталостной долговечности материала. Экспериментально показано, что лазерная маркировка может снижать усталостную прочность компонентов, если располагается в зонах циклических напряжений или сопровождается поверхностным растрескиванием [100]. Для коррозионностойких сталей также установлено, что лазерная маркировка способна изменять микроструктуру

поверхностного слоя и влиять на его коррозионное поведение, в том числе за счёт формирования оксидных слоёв и локального изменения химического состава поверхности [76;83;125].

При этом лазерная маркировка обладает рядом существенных преимуществ. Она обеспечивает высокую гибкость процесса, возможность автоматизированного нанесения индивидуализированной информации, формирование обозначений непосредственно на изделии без применения расходимых носителей, а также высокую производительность. Для алюминиевых, никелевых сплавов и коррозионностойких сталей показано, что качество лазерной маркировки определяется сочетанием мощности излучения, числа проходов, частоты импульсов, скорости сканирования и шага обработки, а при их рациональном выборе возможно обеспечить высокую читаемость и воспроизводимость маркировки. Для стали AISI 301LN установлено, что короткоимпульсное волоконное лазерное воздействие позволяет целенаправленно управлять характеристиками поверхности и геометрией маркировки с использованием методов математического планирования эксперимента. Это позволяет рассматривать лазерную технологию как одну из наиболее перспективных для промышленной идентификации металлических изделий [65;66;121].

Отдельное направление представляет цветовая и оксидная лазерная маркировка, при которой обозначение формируется за счёт изменения оптических свойств поверхности. Для коррозионностойких сталей показано, что такой способ позволяет получать визуально контрастные обозначения и расширяет возможности идентификации изделий, однако устойчивость подобных меток определяется стабильностью оксидного слоя и его влиянием на коррозионное состояние поверхности [83;96;125]. В ряде работ установлено, что режимы лазерного оксидирования должны подбираться особенно тщательно, поскольку тёмные оксидные метки могут сопровождаться снижением коррозионной стойкости по сравнению с основным металлом [96;125]. Следовательно, применительно к изделиям нефтегазового и криогенного назначения одной только

читаемости маркировки недостаточно – необходимо одновременно обеспечивать коррозионную и механическую надёжность зоны воздействия.

Таким образом, для изделий нефтегазового и криогенного назначения маркировка должна рассматриваться как функциональный элемент конструкции, а не как вспомогательное обозначение. Она должна обеспечивать прослеживаемость, долговечность, читаемость и устойчивость к внешним воздействиям, не снижая работоспособность изделия. Сопоставление современных способов маркировки показывает, что наиболее перспективным направлением является лазерная технология, однако её применение к аустенитным коррозионностойким сталям требует строгого контроля режима обработки и механизма формирования поверхностного слоя. Это, в свою очередь, обуславливает необходимость рассмотрения физических основ взаимодействия лазерного излучения с металлической поверхностью при формировании маркировки.

1.4 Структурно-фазовые превращения в аустенитных сталях при локальном высокотемпературном воздействии и технологические ограничения

Для аустенитных коррозионностойких сталей локальное высокотемпературное воздействие является одним из ключевых факторов, определяющих изменение структуры и свойств поверхностного слоя. В отличие от равномерного объёмного нагрева, локальные тепловые циклы характеризуются высокими температурными градиентами, неравномерным распределением деформаций, ускоренным охлаждением и формированием выраженной структурной неоднородности. В этих условиях в материале могут развиваться как диффузионные, так и бездиффузионные превращения, влияющие на коррозионную стойкость, трещиностойкость, пластичность и стабильность пассивного состояния поверхности [73;95;112].

Наиболее изученным неблагоприятным процессом в аустенитных сталях является сенсбилизация, связанная с выделением карбидов типа $M_{23}C_6$ по границам зёрен. При нахождении материала в температурном интервале,

благоприятном для диффузии углерода и хрома, на границах зёрен происходит образование карбидных фаз, а прилегающие участки аустенитной матрицы обедняются хромом. Вследствие этого ухудшается способность материала к пассивации, возрастает чувствительность к межкристаллитной коррозии, а также облегчается локальное разрушение пассивной плёнки в агрессивных средах [95;112]. Для стабилизированных титаном сталей типа AISI 321 и 12X18H10T риск сенсбилизации снижается, однако полностью не исключается, особенно при повторных нагревах и длительном пребывании в опасном температурном интервале [95;138].

Существенное значение имеет и кристаллографический характер границ зёрен. Показано, что склонность к межкристаллитной коррозии определяется не только химическим обеднением приграничных участков, но и типом самих границ, их энергией и структурой. Это означает, что чувствительность аустенитной стали к локальному высокотемпературному воздействию, нельзя оценивать только по наличию или отсутствию карбидов; необходимо учитывать также состояние зернограничной сети, сформированной предшествующей обработкой и локальным тепловым циклом [95;112].

Вторым важным неблагоприятным процессом является образование σ -фазы. Эта фаза представляет собой хрупкое интерметаллидное соединение, обогащённое хромом и железом. Её формирование сопровождается снижением пластичности, ударной вязкости и коррозионной стойкости аустенитных сталей. Для стали 321 показано, что при термическом старении образование σ -фазы приводит к ухудшению стойкости к межкристаллитной коррозии и повышению хрупкости материала [73]. Практическая опасность σ -фазы обусловлена также тем, что она может формироваться не только непосредственно из аустенита, но и в результате превращения остаточного δ -феррита, присутствующего в сварных соединениях или локально переплавленных зонах [41;73].

Роль δ -феррита в аустенитных сталях носит неоднозначный характер. Ограниченное содержание δ -феррита в сварных соединениях может быть полезным с точки зрения снижения склонности к горячим трещинам при

кристаллизации. Однако его присутствие изменяет локальное распределение легирующих элементов, формирует электрохимическую неоднородность и создаёт предпосылки для дальнейших фазовых превращений. Для аустенитных сталей с титаном показано, что трансформация δ -феррита при старении влияет на межкристаллитную коррозию, а для стали AISI 321 установлено влияние δ -феррита на склонность к коррозионному растрескиванию под напряжением [41;60]. Кроме того, показано, что различное содержание δ -феррита в литых и сварных аустенитных сталях влияет на их коррозионное поведение после термического старения [60]. Следовательно, состояние δ -феррита следует рассматривать как один из индикаторов структурной устойчивости материала при локальном нагреве.

Для сварных и повторно нагреваемых зон особую опасность представляет сочетанное развитие перечисленных процессов. В реальных условиях локальный тепловой цикл может одновременно вызывать выделение карбидов, эволюцию δ -феррита и образование интерметаллидных фаз. Это означает, что деградация свойств аустенитной стали при локальном воздействии носит комплексный характер. Именно поэтому устойчивость материала следует оценивать не только по отдельным фазовым составляющим, но и по совокупному изменению микроструктуры, химической неоднородности и коррозионной чувствительности [60;62;138].

Отдельного рассмотрения заслуживают мартенситные превращения. Для метастабильных аустенитных сталей хорошо известно, что под действием пластической деформации, охлаждения или сочетания напряжённого состояния и теплового цикла возможно образование ε - и α' -мартенсита. В обзорных работах показано, что дислокационные и сдвиговые мартенситные превращения остаются важным механизмом изменения структуры в метастабильных аустенитных сталях, а их развитие определяется энергией дефекта упаковки и условиями деформирования [64]. На примере криогенной деформации аустенитной стали установлено, что формирование мартенситных фаз сопровождается изменением микроструктуры и механических свойств [53]. Хотя для стабилизированных

титаном сталей типа 12Х18Н10Т вероятность таких превращений ниже, полностью исключать их при импульсных воздействиях нельзя, особенно если локальный нагрев сочетается с высокими градиентами температур и напряжений [53;64].

Для локального лазерного воздействия ситуация осложняется тем, что реализуемый термический цикл характеризуется высокой скоростью нагрева и охлаждения. С одной стороны, малая длительность пребывания материала в опасных температурных интервалах потенциально снижает вероятность развития некоторых диффузионных превращений. С другой стороны, высокие температурные градиенты, локальные напряжения и повторные циклы нагрева могут изменять механизм структурной эволюции по сравнению с традиционной термической обработкой. Для метастабильных аустенитных сталей показано, что лазерная поверхностная модификация может сопровождаться фазовыми превращениями и формированием остаточных напряжений [111]. Это означает, что лазерное воздействие нельзя рассматривать только как геометрическое преобразование поверхности, поскольку оно способно изменять структурно-фазовое состояние материала.

Дополнительную проблему представляют процессы окисления и возможного карбидообразования в поверхностном слое при импульсной лазерной обработке. В отечественных исследованиях показано, что карбидные превращения под действием импульсного лазерного излучения способны заметно влиять на свойства сталей, а оценка роли карбидных фаз остаётся важной для интерпретации изменений структуры и твёрдости [5]. С позиций химической термодинамики и кинетики также установлено, что при импульсном лазерном воздействии на металлические поверхности протекает сложный комплекс химических превращений, включающий окисление и изменение фазового состава поверхностного слоя [139]. Следовательно, при анализе локальной лазерной обработки аустенитных сталей необходимо учитывать не только процессы переплава и затвердевания, но и возможные химические превращения на поверхности.

Практический интерес представляет и то обстоятельство, что многопроходная лазерная обработка может по-разному влиять на структурное состояние поверхностного слоя в зависимости от энергетических параметров режима. Для метастабильной аустенитной стали AISI 301LN показано, что наносекундное многопроходное лазерное текстурирование сопровождается изменением поверхности и структуры, причём характер этих изменений определяется числом проходов и уровнем тепловложения [110]. Это подтверждает, что при многоцикловом лазерном воздействии необходимо учитывать не отдельный импульс, а интегральный эффект повторных нагревов и охлаждений на микроструктуру материала.

Для задач настоящей работы принципиальное значение имеет следующее обстоятельство. Если технология формирования выпуклого рельефа реализуется в области устойчивого плавления и направленного перераспределения расплава, то диапазон параметров воздействия должен быть ограничен условиями, при которых не развиваются опасные структурно-фазовые превращения, способные снизить эксплуатационную надёжность материала. Иными словами, технологическое окно должно определяться не только геометрическими характеристиками формируемого выпуклого рельефа, но и условием сохранения аустенитной основы, предотвращения выраженного карбидообразования, образования σ -фазы и неблагоприятной эволюции δ -феррита [40;68;110].

Следовательно, локальное высокотемпературное воздействие на аустенитные коррозионностойкие стали следует рассматривать как строго ограниченный технологический процесс. При его интенсификации возрастает вероятность сенсбилизации, интерметаллидных превращений, изменения роли δ -феррита и возможных мартенситных преобразований. Для технологии формирования выпуклой рельефной маркировки это означает необходимость выбора таких режимов обработки, которые обеспечивают получение требуемого рельефа при минимальном риске фазовой дестабилизации поверхностного слоя. Именно с этих позиций далее целесообразно рассмотреть современные способы

маркировки металлических изделий и провести сравнительную оценку их применимости.

1.5 Современные способы маркировки металлов и сравнительная оценка их применимости

Современные способы маркировки металлических изделий можно разделить на временные и постоянные. Временные способы, включая краску, наклейки, бирки и иные вспомогательные носители информации, удобны на стадиях внутренней логистики, однако не обеспечивают требуемой долговечности при длительной эксплуатации, воздействии влаги, загрязнений, солевых аэрозолей и механического истирания. По этой причине для ответственных изделий машиностроения, и тем более для изделий нефтегазового и криогенного назначения, наибольший интерес представляют постоянные способы маркировки, формируемые непосредственно на металлической поверхности. В зарубежной литературе такие методы рассматриваются как способы прямой маркировки деталей, обеспечивающие прослеживаемость и идентификацию на протяжении всего жизненного цикла изделия [4;22]. К постоянным способам маркировки металлических изделий в настоящее время относят механическое клеймение, ударно-точечное маркирование, механическую гравировку, электрохимическое маркирование и лазерную маркировку (рисунок 1.1). Их принципиальные различия определяются механизмом воздействия на материал. Механические методы формируют обозначение за счёт локальной пластической деформации или удаления материала, электрохимические – за счёт локального анодного растворения, а лазерные – за счёт контролируемого теплового воздействия, которое в зависимости от режима может приводить к изменению цвета поверхности, переплаву либо удалению материала [116;117]. При выборе технологии маркирования необходимо учитывать не только читаемость обозначения, но и влияние способа на поверхностный слой, воспроизводимость результата, гибкость нанесения и возможность автоматизации [4;22].



(a)

(б)

(в)

Рисунок 1.1 – Постоянные способы маркировки металлических изделий:

а – механическая гравировка, б – лазерная маркировка, в – клеймение [6]

Механические способы маркировки традиционно применяются благодаря простоте реализации и высокой стойкости формируемых обозначений. Наиболее распространённым вариантом автоматизированной механической маркировки является ударно-точечный метод. К его преимуществам относятся относительная простота оборудования, высокая скорость нанесения и приемлемое качество машиносчитываемых кодов на ряде металлических поверхностей. В сравнительных исследованиях показано, что ударно-точечная маркировка способна обеспечивать удовлетворительное качество кодов на литых деталях, хотя по ряду показателей уступает лазерной маркировке [4;22]. Вместе с тем механическая природа данного метода ограничивает его применение для ответственных изделий, поскольку локальное вдавливание формирует участки пластической деформации, изменяет напряжённое состояние поверхности и потенциально может создавать условия для зарождения усталостных повреждений. Именно поэтому механическая маркировка не может рассматриваться как универсальное решение для тонкостенных и высоконагруженных элементов оборудования.

Электрохимическое маркирование отличается более мягким воздействием на изделие, поскольку не сопровождается значительной пластической деформацией поверхности. Оно основано на локальном электрохимическом растворении металла и широко используется в тех случаях, когда необходимо

минимизировать механическое повреждение маркируемой детали. Однако классическое электрохимическое маркирование требует применения трафаретов, электролитов и дополнительных подготовительных операций, что снижает гибкость процесса и затрудняет оперативное нанесение переменной информации. В рамках развития данного направления предложены гибридные подходы, в частности электрохимическое травление с лазерным формированием защитного слоя по контуру изображения, позволяющее обходиться без фотошаблонов и повышать точность формирования изображения на металлической поверхности [116;117]. Тем не менее даже в таких вариантах электрохимическое маркирование уступает лазерному по уровню автоматизации и возможности оперативного изменения содержания наносимой информации в условиях гибкого производства [116;117].

Лазерная маркировка в настоящее время рассматривается как один из наиболее технологичных способов прямой маркировки металлических изделий. Она обладает рядом преимуществ, включая бесконтактный характер воздействия, высокую производительность, возможность автоматизированного нанесения индивидуализированной информации, отсутствие расходуемых носителей и хорошую воспроизводимость результата. В работах, посвящённых автоматизированным методам маркирования, подчёркивается, что именно сочетание гибкости, стабильности и высокой читаемости делает лазерную маркировку особенно привлекательной для серийного и индивидуализированного производства [22]. В сравнительных исследованиях на литых деталях показано, что лазерная маркировка обеспечивает наиболее высокое качество кодов на ряде поверхностей, хотя конечный результат существенно зависит от состояния подложки и последующих операций, например дробеструйной обработки или термообработки [4]. Следовательно, преимущества лазерного способа наиболее полно реализуются при контролируемом состоянии поверхности и рациональном выборе режима обработки [4;22].

Важной особенностью лазерной маркировки является многообразие физических механизмов её формирования. Обозначение может создаваться за

счёт поверхностного окисления и изменения цвета, локального переплава, а также гравировки с удалением материала [72]. В работах, посвящённых маркировке коррозионностойких сталей, показано, что в зависимости от плотности мощности, частоты следования импульсов, скорости сканирования и числа проходов на поверхности могут одновременно развиваться процессы нагрева, плавления, окисления и абляции [34;77;102]. Это означает, что лазерная маркировка не представляет собой единый режим воздействия, а включает совокупность различных технологических состояний, каждое из которых по-своему влияет на геометрию и свойства поверхностного слоя.

С точки зрения качества маркировки основными критериями являются читаемость, контрастность, геометрическая точность и устойчивость обозначения к внешним воздействиям. В ряде исследований для количественной оценки качества лазерной маркировки использовались фотометрические и геометрические критерии, позволяющие сопоставлять маркировки, полученные на различных материалах и при разных режимах обработки [98]. Для стали 304 и других металлических материалов показано, что параметры лазерной обработки существенно влияют на глубину, ширину и контраст следа, а оптимизация режима позволяет повысить качество маркировки [77;102]. Для покрытий на основе титана, применяемых в аэрокосмической технике, также установлено, что свойства маркировки определяются сочетанием мощности, частоты и скорости сканирования, а оценка результата должна учитывать не только внешний вид, но и изменение структуры поверхностного слоя [85]. Следовательно, выбор режима лазерного маркирования должен осуществляться с учётом как визуальных характеристик обозначения, так и влияния обработки на материал основы [77;85;98].

При этом именно влияние маркировки на материал становится одним из ключевых критериев, определяющих применимость технологии для ответственных изделий. Для коррозионностойких сталей в ряде работ установлено, что лазерное маркирование может снижать коррозионную стойкость за счёт изменения микроструктуры, формирования оксидных слоёв и нарушения

свойств пассивной плёнки. Для аустенитной стали ASTM F139 показано, что лазерная гравировка приводит к снижению питтинговой стойкости по сравнению с исходным материалом [106]. Для мартенситной коррозионностойкой стали М340 установлены снижение питтингового потенциала и локальная активация поверхности в зоне лазерной маркировки [88]. В более поздней работе, посвящённой двум методам маркировки на коррозионностойкой стали ISO 5832-1, показано, что лазерная маркировка заметно изменяет свойства пассивной плёнки и уменьшает сопротивление питтинговой коррозии [104]. Эти результаты прямо указывают на необходимость особенно осторожного выбора режима маркирования для коррозионностойких сталей, особенно в тех случаях, когда изделие эксплуатируется в агрессивной среде.

Наряду с коррозионной стойкостью важное значение имеет и усталостная долговечность маркированных изделий. Для ответственных деталей наличие даже неглубоких поверхностных дефектов или изменение остаточного напряжённого состояния может влиять на зарождение и развитие трещин при циклическом нагружении. В исследованиях влияния лазерной маркировки на металлические имплантационные материалы и титановые сплавы показано, что лазерная метка может оказывать отрицательное влияние на усталостную долговечность, если она располагается в зоне высоких напряжений или сопровождается формированием трещин и выраженной зоны термического влияния [34;105]. Хотя эти результаты получены для материалов медицинского назначения, они имеют общее инженерное значение: технология маркировки должна оцениваться не только по читаемости, но и по её влиянию на долговечность детали при механическом нагружении.

Дополнительным подтверждением долговечности постоянных методов маркировки является возможность обнаружения или восстановления скрытых меток после частичного износа или покрытия поверхности. В работе, посвящённой активной термографии, показано, что выгравированные на стали обозначения могут быть выявлены даже после закрашивания и абразивного воздействия, что свидетельствует о сохранении информации в изменённом

поверхностном слое. С практической точки зрения это означает, что глубокая или структурно выраженная маркировка обладает преимуществом по сохранности информации по сравнению с поверхностными временными обозначениями [93].

Таким образом, сравнительный анализ современных способов маркировки металлических изделий показывает, что временные способы не удовлетворяют требованиям долговечности и прослеживаемости, механические способы обеспечивают устойчивость обозначения, но могут быть нежелательны для ответственных деталей вследствие локального повреждения поверхности, а электрохимическое маркирование уступает по гибкости и уровню автоматизации. Лазерная маркировка является наиболее перспективным способом прямой маркировки металлических изделий с точки зрения технологичности, автоматизации и качества формируемого обозначения. Однако её применение к ответственным изделиям из коррозионностойких сталей возможно только при условии строгого контроля режима воздействия и понимания физических механизмов формирования маркировки. Это обуславливает необходимость рассмотрения физических основ взаимодействия лазерного излучения с металлической поверхностью при формировании маркировки.

1.6 Физические основы взаимодействия лазерного излучения с металлической поверхностью при формировании маркировки

Формирование маркировки при лазерной обработке определяется совокупностью взаимосвязанных процессов, включающих поглощение излучения поверхностью, локальный нагрев, плавление, испарение, перераспределение жидкой фазы и последующую кристаллизацию металла (рисунок 1.2) [87;90]. Конечный результат воздействия определяется не отдельным параметром, а их сочетанием, включая длину волны, длительность импульса, среднюю мощность, частоту следования импульсов, диаметр пятна, скорость сканирования и степень перекрытия импульсов [55;87;94]. Для металлических материалов принципиально важно, что режим взаимодействия может изменяться от слабого поверхностного нагрева до переплава и далее до интенсивной абляции, а переход между этими

состояниями определяется балансом между подводимой энергией и механизмами её отвода из зоны воздействия [87;90].

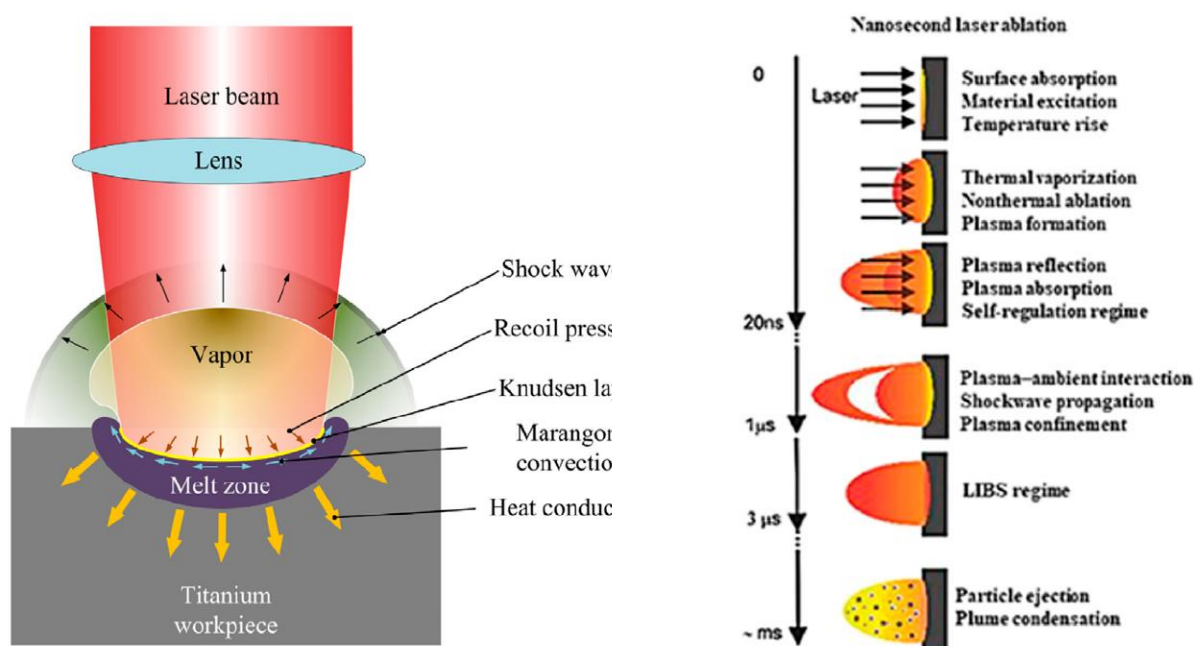


Рисунок 1.2 – Взаимодействия лазерного излучения с металлической поверхностью [87]

Первичной стадией процесса является поглощение лазерного излучения. Для металлов величина поглощённой энергии определяется не только длиной волны и углом падения луча, но и состоянием самой поверхности, включая её шероховатость, наличие оксидной плёнки, температуру и фазовое состояние материала. Экспериментально показано, что увеличение шероховатости поверхности и наличие слоя Cr_2O_3 на стали 304 приводят к росту поглощательной способности и повышению эффективности теплового воздействия. Кроме того, установлено, что поглощение лазерного излучения жидкой металлической поверхностью при высоких температурах может заметно отличаться от расчётных значений, полученных на основе идеализированных предположений, что особенно важно для процессов плавления и испарения. Следовательно, в ходе обработки сама поверхность изменяет условия дальнейшего взаимодействия с лазерным излучением, и это необходимо учитывать при выборе режима маркировки [29;140].

С практической точки зрения основными управляющими параметрами импульсной обработки являются средняя мощность излучения, частота следования импульсов, длительность импульса, скорость сканирования и размеры пятна [55;87;94]. На их основе формируются производные характеристики, определяющие физику процесса: энергия одиночного импульса, плотность энергии, плотность мощности, а также степень перекрытия импульсов вдоль траектории и между соседними линиями обработки [87;90]. Именно эти величины определяют, будет ли материал в зоне воздействия лишь нагреваться, перейдёт ли он в устойчивое жидкое состояние или процесс разовьётся в сторону интенсивного испарения и удаления вещества [87;90;94]. Для наносекундной обработки эта связь между параметрами имеет особое значение, поскольку даже при одинаковой средней мощности изменение длительности импульса и частоты следования заметно изменяет морфологию зоны обработки и объём переплавленного или удалённого материала [90;94].

По мере увеличения плотности подводимой энергии взаимодействие лазерного излучения с металлом проходит несколько характерных стадий. На первом этапе реализуется нагрев поверхности без устойчивого образования жидкой фазы; в этой области возможно изменение цвета поверхности и формирование оксидных слоёв, что используется в режимах контрастной маркировки [49;55]. При дальнейшем увеличении тепловложения достигается температура плавления, образуется ванна расплава, и процесс переходит в область переплава [82;123]. При ещё большем увеличении плотности энергии начинается интенсивное испарение, возрастает роль давления отдачи паров, а формирование следа всё в большей степени определяется абляцией [90;94]. Сопоставление процессов абляции при импульсах различной длительности показывает, что именно в наносекундном диапазоне возрастает доля переплава, вторичного затвердевания и рециркуляции расплава, что принципиально отличает данный режим от сверхкороткоимпульсной обработки [87;90].

Особенностью наносекундных импульсов является выраженный тепловой характер воздействия. В отличие от пикосекундных и фемтосекундных режимов,

для которых характерно сверхбыстрое энерговыделение при минимальном времени теплопроводного отклика, наносекундная обработка обеспечивает развитие классических тепловых процессов: плавления, формирования ванны расплава, затвердевания вторично переплавленного слоя и образования зоны теплового влияния [71;87;90]. Экспериментальные исследования с временным разрешением показали, что температура поверхности при лазерном маркировании коррозионностойкой стали напрямую связана с формируемой микроструктурой, фазовым составом и коррозионными свойствами маркированной зоны [84]. Это означает, что при выборе режима лазерной маркировки необходимо ориентироваться не только на внешний вид следа, но и на температурный цикл, реализуемый в поверхностном слое [55;84].

В области устойчивого плавления ключевую роль начинает играть гидродинамика расплава. Перемещение жидкой фазы определяется действием капиллярных сил, термокапиллярных потоков, давления отдачи паров и градиентов поверхностного натяжения [82;123;124]. В обзорах, посвящённых лазерному полированию, показано, что поверхность после обработки формируется именно за счёт перераспределения жидкого металла, а не только вследствие его локального плавления [82]. В численных моделях установлено, что в режиме плавления эволюция рельефа определяется главным образом капиллярными и термокапиллярными силами, тогда как в переходном режиме возрастает вклад давления отдачи паров и испарения материала [123;135]. Для лазерного полирования в газовой среде также показано, что на направление течения расплава и морфологию поверхности влияет состав атмосферы, а растворённый кислород способен усиливать направленный перенос расплава к центру зоны воздействия [124].

Для задач маркировки наибольший интерес представляет именно промежуточная область между слабым поверхностным нагревом и интенсивной абляцией. В этой области возможно формирование рельефа не только за счёт испарительного удаления материала, но и вследствие его контролируемого переплава и перераспределения [55;94;123]. Экспериментальные и расчётные

исследования по наносекундной обработке металлических поверхностей показывают, что изменение параметров сканирования и энергетических характеристик импульса позволяет существенно изменять форму зоны обработки, характер рециркуляции расплава и структуру вторично затвердевшего слоя [55;71;94]. На примере текстурирования металлических поверхностей показано, что процесс может приводить как к образованию гладких канавок, так и к формированию более сложных микроструктур, причём конечная морфология определяется сочетанием теплопереноса, испарения и движения расплава (рисунок 1.3) [49].

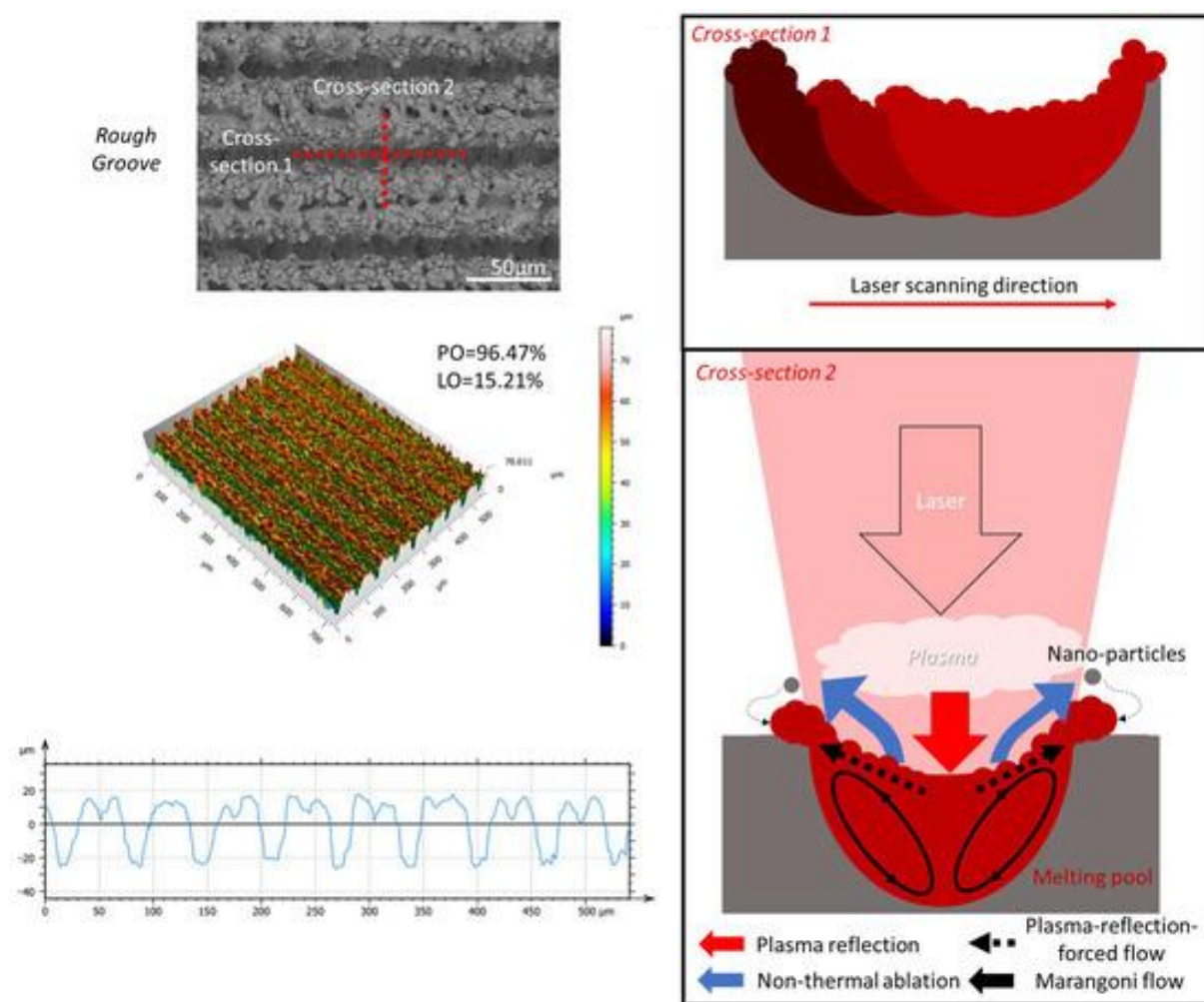


Рисунок 1.3 – Влияние лазерного воздействия на морфологию поверхности материала [87]

Для коррозионностойких сталей это особенно важно, поскольку маркировка должна обеспечивать не только читаемость, но и минимальное влияние на состояние поверхностного слоя [86;107]. Исследования, посвящённые

наносекундному текстурированию и полированию коррозионностойких сталей, показывают, что рациональный выбор режима позволяет управлять формой рельефа и снижать шероховатость поверхности; однако при выходе за пределы рабочего окна возрастает вероятность выраженного пережога, образования неравномерных валиков и локального удаления материала (рисунок 1.4) [49;123; 135]. Это означает, что физически обоснованный выбор режима маркировки должен предусматривать такую область параметров, в которой формируются устойчивая жидкая фаза и управляемое перераспределение расплава, но не развивается интенсивное испарение, сопровождающееся ростом дефектности поверхности [123;124;135].

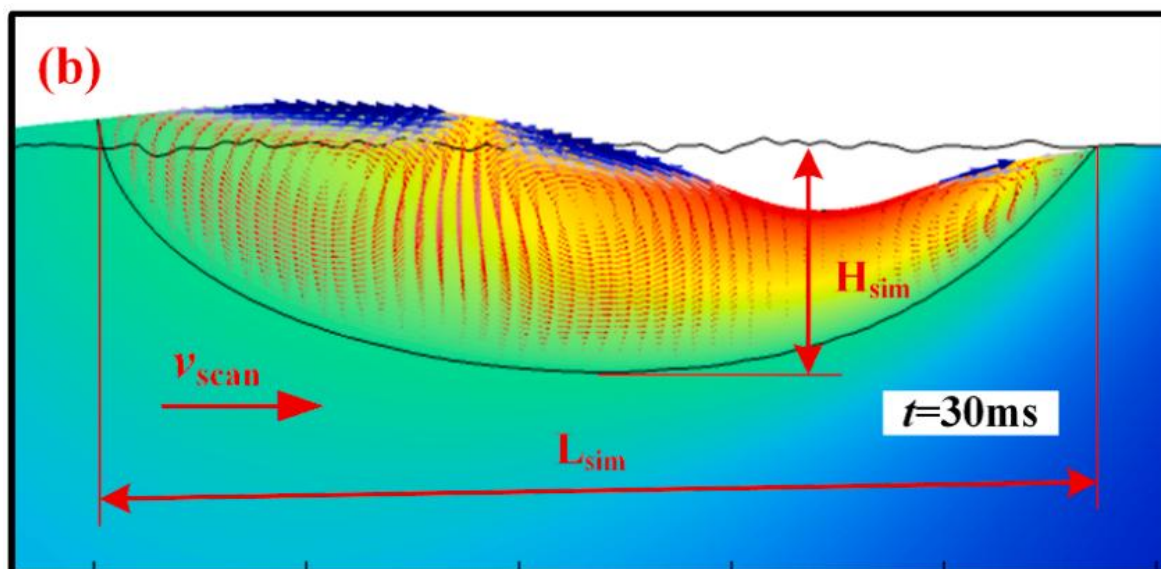


Рисунок 1.4 – Формирование жидкой фазы и перераспределение расплава [123]

Таким образом, физические основы взаимодействия лазерного излучения с металлической поверхностью при формировании маркировки определяются балансом между поглощением энергии, теплопроводностью, плавлением, испарением и гидродинамикой расплава [82;87;123]. Для наносекундной обработки аустенитных коррозионностойких сталей это означает необходимость работы в такой области параметров, в которой обеспечиваются устойчивое плавление и перераспределение жидкой фазы без перехода к интенсивной абляции [94;123;135]. Именно из этих физических предпосылок вытекает интерес к современным лазерным технологиям формирования управляемого рельефа на металлических материалах.

1.7 Современные лазерные технологии формирования управляемого рельефа на металлических материалах

Современные лазерные технологии формирования рельефа на металлических материалах развиваются в направлении управляемого изменения топографии поверхности при одновременном снижении потерь материала и повышении воспроизводимости геометрии. В отличие от традиционной лазерной гравировки, основанной преимущественно на абляционном удалении материала, в ряде современных подходов рельеф формируется за счёт переплава и последующего перераспределения жидкой фазы (рисунок 1.5) [51]. Такой подход позволяет рассматривать лазерное воздействие не только как средство локального удаления материала, но и как инструмент управления морфологией поверхности за счёт контролируемого течения расплава и его последующей кристаллизации [126;127;130].

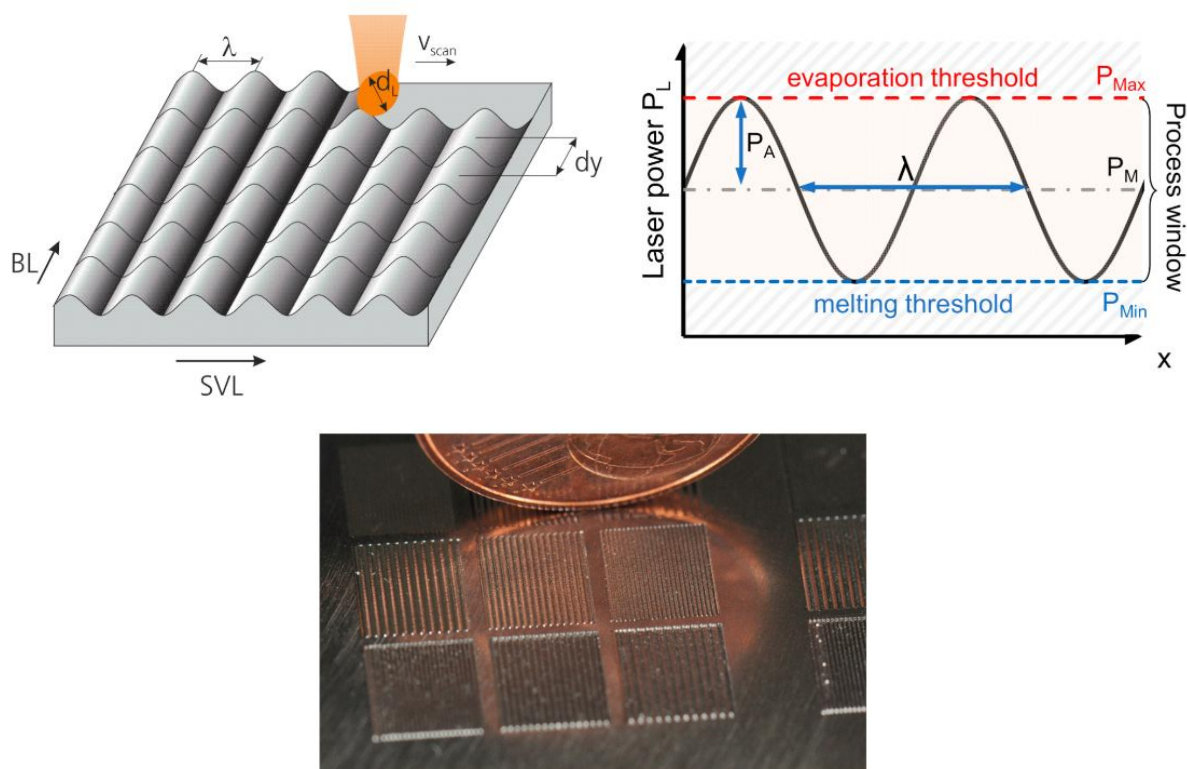


Рисунок 1.5 – Структурирование поверхности по технологии «WaveShape», путем расплавления и перераспределения расплава без абляции [130]

Одним из наиболее известных направлений является технология Surfi-Sculpt (рисунок 1.6). В её основе лежит многократное сканирование лазерным лучом по заданной траектории при таком подборе параметров, при котором на поверхности

металла происходит последовательное перемещение расплава и формирование выступающих элементов без применения присадочного материала. В работе J. Blackburn и P. Hilton показано, что при использовании волоконного лазера мощностью 200 Вт возможно получение различных рельефных структур на металлических поверхностях, включая линейные выступы, стенки и конусообразные элементы [42]. Дальнейшие исследования показали, что на эффективность процесса влияют мощность излучения, скорость перемещения луча, стратегия проходов и локальное тепловое накопление, а в качестве основных движущих факторов рассматриваются термокапиллярное течение расплава и давление отдачи паров [50;51]. Следовательно, технология Surfi-Sculpt может рассматриваться как способ целенаправленного формирования выпуклого рельефа за счёт перераспределения расплава, а не простого удаления материала [42;50;51].

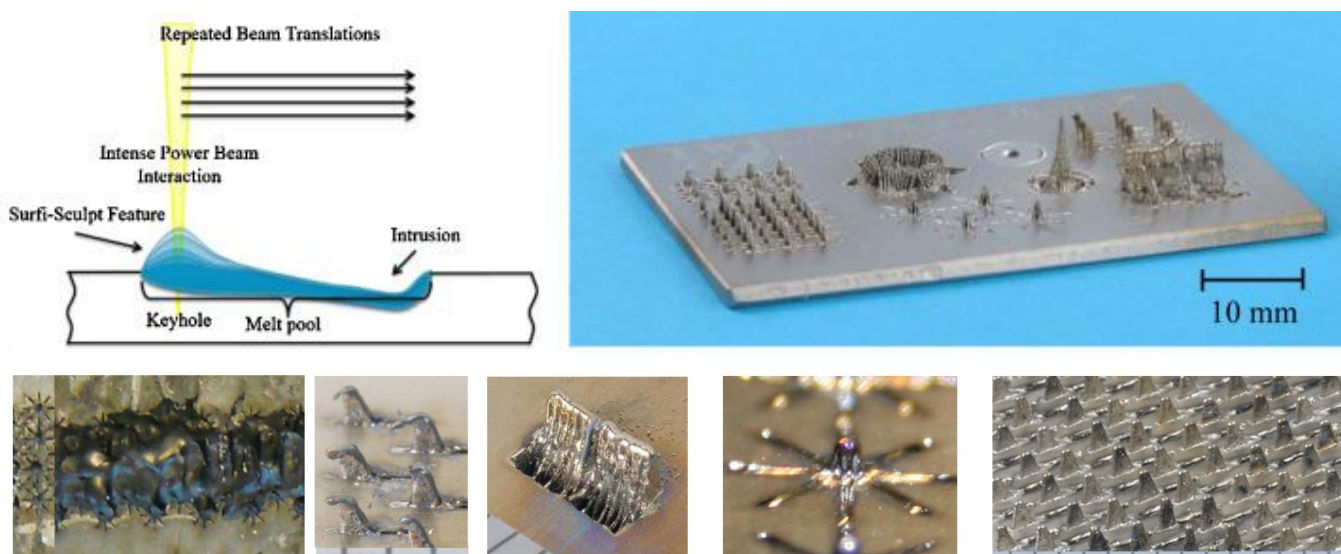


Рисунок 1.6 – Технология формирования выпуклого рельефа «Surfi-Sculpt» [51]

С технологической точки зрения важно, что процесс Surfi-Sculpt позволяет формировать сравнительно крупные выступающие элементы и применяется не только для текстурирования поверхности, но и для решения прикладных задач, связанных с изменением её функциональных свойств. Именно поэтому данная технология рассматривается как один из первых промышленных примеров управления жидкой фазой с целью целенаправленного формирования рельефа на

металлической поверхности. Однако для неё характерны и определённые ограничения, включая сравнительно высокую мощность используемого оборудования, существенную зависимость результата от теплового накопления и не всегда высокую предсказуемость геометрии получаемых структур [50;51].

Принципиально близким, но технологически иным направлением является технология WaveShape, основанная на лазерном переплаве поверхности с модуляцией мощности излучения в процессе сканирования. В этом случае материал не удаляется, а перераспределяется в жидком состоянии, вследствие чего на поверхности формируются периодические выступы и впадины с контролируемой амплитудой и шагом [127;130;131]. В работах А. Temmler и соавторов показано, что такая технология позволяет формировать рельеф на металлических материалах без потери массы, а основную роль в образовании структуры играют деформация свободной поверхности ванны расплава и её самоупорядочение в условиях переменного тепловложения [126;130]. Для титанового сплава Ti6Al4V продемонстрирована возможность получения устойчивых микроструктур при малом диаметре пятна и высоких скоростях сканирования [131], а для сплава Inconel 718 – возможность формирования как единичных, так и площадных структур с прогнозируемой высотой [129].

Особое значение имеет то обстоятельство, что в рамках развития технологии WaveShape были выполнены не только экспериментальные, но и численные исследования механизма формирования рельефа. Для инструментальной стали H11 показано, что решающую роль в образовании структуры играет деформация поверхности ванны расплава, связанная с перераспределением объёма расплавленного металла и локальным действием давления паров, тогда как поверхностное натяжение и термокапиллярные силы определяют сглаживание и устойчивость профиля [128]. Для сплава Inconel 718 установлено хорошее согласование результатов численного моделирования и эксперимента, что позволило использовать модель для прогнозирования высоты и формы структур при изменении диаметра пятна, скорости сканирования и амплитуды модуляции мощности [129]. Эти результаты имеют важное значение

для настоящего исследования, поскольку подтверждают возможность целенаправленного управления рельефом при работе в области переплава без перехода к интенсивной абляции [128;129].

Для повышения точности формирования структур в технологиях переплава значительное внимание уделяется корректировке сигнала модуляции. В работе [115] показано, что при формировании гармонических структур на Ti6Al4V отклонение реальной формы от расчётной может быть существенно уменьшено за счёт введения адаптированного компенсирующего сигнала. Это свидетельствует о переходе современных технологий от простого подбора режимов к более точному управлению формой поверхности на основе сопоставления заданного и фактически полученного профиля. В смежных исследованиях предложены и гибридные варианты технологии, в которых дополнительно используется воздействие давления паров. Для Ti6Al4V показано, что комбинированное использование двух лазерных лучей позволяет интенсифицировать структурирование поверхности за счёт более выраженного воздействия паров на жидкую фазу [67]. Таким образом, в рамках технологий переплава и перераспределения расплава постепенно формируется самостоятельное направление точного рельефообразования с заранее заданной морфологией [67;115].

Ещё одним направлением является технология PL μ S (Pulsed Laser Micro Structuring), предложенная F.E. Pfefferkorn и J.D. Morrow. В отличие от технологии WaveShape, где изменяется мощность непрерывного или квазинепрерывного воздействия, в PL μ S управление топографией поверхности осуществляется за счёт импульсного воздействия с изменением плотности энергии от импульса к импульсу. Показано, что такой подход позволяет контролировать поперечный профиль формируемой структуры и обеспечивать организованное перераспределение материала выше и ниже исходного уровня поверхности [99]. Концептуально эта технология важна тем, что подтверждает универсальность подхода, основанного на управлении расплавом, а не на простом удалении материала: даже при импульсной обработке возможно формирование

рельефа в условиях минимального расхода вещества, если процесс реализуется в области контролируемого переплава [103].

Отдельный интерес представляет направление, в котором управляемый рельеф формируется на основе сочетания плавления и направленного перемещения расплава в режимах лазерного полирования и переплава. Для стали 304 в переходной области лазерного полирования показано, что формирование новых поверхностных структур определяется совместным действием поверхностного натяжения, давления отдачи, объёмного расширения расплава и удаления материала [143]. Это означает, что граница между полированием, структурированием и маркировкой имеет не принципиальный, а режимный характер: при изменении тепловложения и кинематики луча один и тот же процесс может приводить либо к сглаживанию поверхности, либо к формированию устойчивого рельефа [143].

В последние годы появились работы, направленные на формирование более сложных ориентированных структур за счёт перераспределения расплава. Так, показана возможность получения наклонных массивов микроотенок путём специального управления перераспределением расплава, что обеспечивает направленный перенос жидкости по поверхности [52]. Эти результаты демонстрируют, что управление жидкой фазой может использоваться не только для получения отдельных выступов, но и для формирования упорядоченных систем рельефных элементов с заданной функциональностью [52]. В смежных исследованиях, посвящённых формированию и управлению течением расплава при сварочных и переплавных процессах, также показано, что изменение пространственного распределения энергии позволяет направленно изменять форму ванны расплава и, следовательно, рельеф затвердевшей поверхности [99]. Это дополнительно подтверждает, что ключевым условием управляемого рельефообразования является именно управление тепловым полем и гидродинамикой расплава, а не только подбор средней мощности излучения [99].

Сопоставление рассмотренных технологий позволяет выделить несколько общих закономерностей. Во-первых, во всех случаях ключевым условием

формирования управляемого рельефа является работа в такой области параметров, при которой материал переходит в жидкое состояние, но интенсивное испарение и неустойчивое разбрызгивание не приобретают доминирующего значения [103;129;143]. Во-вторых, геометрия формируемых элементов определяется не только уровнем тепловложения, но и стратегией сканирования, включая траекторию движения луча, длину проходов, число повторений, модуляцию мощности и временную последовательность воздействия [52;99;143]. В-третьих, значительная часть опубликованных работ ориентирована на титановые сплавы, никелевые суперсплавы и инструментальные стали, тогда как для аустенитных коррозионноустойчивых сталей число системных исследований существенно меньше [99;103;131].

Для настоящей диссертации особенно важно то обстоятельство, что большинство известных технологий формирования управляемого рельефа ориентированы либо на функциональное текстурирование поверхности, либо на создание специальных элементов для повышения адгезии, теплообмена, трибологических характеристик или получения декоративного эффекта. При этом задача формирования выпуклой рельефной маркировки на аустенитной коррозионноустойчивой стали, сочетающей долговечность, читаемость, тактильную различимость и структурную стабильность поверхностного слоя, в литературе освещена ограниченно. Кроме того, многие известные подходы реализуются на сравнительно мощном оборудовании и не ориентированы непосредственно на маркировку ответственных изделий нефтегазового и криогенного назначения. Следовательно, возникает необходимость рассмотреть управляемое перераспределение расплава как технологическую основу формирования выпуклой рельефной маркировки и как предпосылку настоящего исследования.

1.8 Управляемое перераспределение расплава как технологическая основа формирования выпуклой рельефной маркировки

По результатам рассмотрения современных лазерных технологий можно сделать вывод, что формирование выпуклого рельефа принципиально отличается

от традиционной гравировки. Если при гравировке основной результат достигается за счёт удаления материала, то при формировании выступающих структур в режиме переплава определяющую роль играют образование жидкой фазы и её направленное перераспределение по поверхности [61;108;120]. В этом случае рельеф возникает не как следствие углубления поверхности, а как результат локального перемещения расплава из зоны воздействия в соседние области с последующей кристаллизацией. Такой подход позволяет рассматривать жидкую фазу не как побочный эффект теплового воздействия, а как основной инструмент управления геометрией поверхности [70].

С технологической точки зрения управляемое перераспределение расплава возможно только в определённой области параметров лазерной обработки. При недостаточном тепловложении металл лишь нагревается и не образует устойчивой жидкой фазы, тогда как при чрезмерном тепловложении процесс переходит в область интенсивного испарения и абляции. Между этими состояниями существует промежуточная область, в которой формируется ванна расплава, сохраняющая достаточную подвижность для направленного перемещения материала при ещё ограниченном объёме испарения [31;144]. Именно эта область представляет наибольший интерес для задач получения выпуклой маркировки, поскольку позволяет сочетать формирование рельефа с минимальными потерями материала и меньшим риском образования глубоких концентраторов напряжений.

Существенную роль в развитии данного направления сыграли работы, посвящённые технологиям Surf-i-Sculpt и WaveShape, в которых показано, что выступающие структуры могут быть получены без применения присадочного материала, исключительно за счёт пространственно-временного управления тепловложением и течением расплава [52;99;143]. Однако значительная часть этих исследований ориентирована либо на текстурирование поверхности с целью изменения её функциональных свойств, либо на повышение адгезии при соединении разнородных материалов. Так, использование модифицированной поверхности по типу Surf-i-Sculpt успешно применено для снижения усадочной

пористости при лазерном соединении углепластика и стали, что подтверждает практическую значимость направленного рельефообразования, но не решает задачу маркировки как самостоятельной технологической функции [145]. Для титанового сплава Ti–6Al–4V показано, что высота формируемых выступов в электронно-лучевом варианте Surfi-Sculpt определяется частотой сканирования, тепловложением и геометрией проходов, то есть непосредственно связана с условиями управления расплавом [141].

Для наносекундной лазерной обработки особое значение имеет то обстоятельство, что управление расплавом возможно и на сравнительно маломощном оборудовании, если параметры режима и траектория перемещения луча подобраны таким образом, чтобы обеспечивалось устойчивое плавление без перехода к интенсивной абляции. Ещё в ранних исследованиях показано, что обработка сериями наносекундных импульсов сопровождается специфическим накоплением тепла и изменением характера удаления материала, а распределение энергии внутри импульса влияет на соотношение между плавлением, испарением и перемещением жидкой фазы. Для высокоотражающих металлов также установлено, что при наносекундной и пикосекундной микрообработке морфология формируемой канавки определяется не только плотностью энергии, но и характером вторичного движения расплава у краёв зоны воздействия. Совокупность этих данных позволяет сделать вывод о том, что при наносекундной обработке возможен целенаправленный переход от режима удаления материала к режиму его перераспределения [61;108;120].

Интерес к подобным режимам усилился и в работах, посвящённых повышению эффективности лазерной микрообработки. Показано, что комбинирование различных источников излучения или импульсов различной длительности позволяет изменять механизм съёма материала и характер движения расплава. Для алюминиевого сплава установлено, что сочетание миллисекундного и наносекундного импульсного воздействия существенно влияет на морфологию зоны обработки именно за счёт изменения условий плавления и перераспределения расплава. Хотя такие схемы не ориентированы

непосредственно на маркировку, они подтверждают общий вывод о том, что геометрия формируемой поверхности определяется не только энергетическими характеристиками воздействия, но и возможностью управлять поведением жидкой фазы [31;144].

Практически важным направлением развития данного подхода стали работы по формированию выпуклого рельефа на стальных поверхностях с использованием наносекундного инфракрасного волоконного лазера. В ряде исследований показано, что применение специально выбранных траекторий сканирования позволяет получать не только линейные, но и точечные выступающие структуры, пригодные для тактильной идентификации, включая элементы шрифта Брайля. В этих работах продемонстрировано, что за счёт организации движения луча возможно обеспечить направленное перераспределение расплава и формирование выпуклого рельефа без применения присадочного материала. Особое значение имеет то, что подобные решения реализованы на стандартном лазерном оборудовании малой мощности, то есть принципиально доступны для практического применения [3;33].

Дальнейшее развитие данного направления связано с переходом от формирования единичных рельефных элементов к систематическому управлению геометрией канавок и валиков, образующихся за счёт перемещения расплава. Показано, что при наносекундной обработке возможно формирование канавок на металлических подложках не только по механизму испарительного удаления вещества, но и по механизму вытеснения и накопления расплава у границ зоны воздействия. Кроме того, установлено, что при многопроходной обработке возможно уменьшение количества оксидной фазы и улучшение состояния поверхности за счёт дополнительных проходов, выполняющих функцию очистки и стабилизации рельефа. Это особенно важно для стали, поскольку сохранение геометрии рельефа без избыточного роста оксидной фазы является одним из условий долговечности маркировки [32;70].

В работах, посвящённых лазерной маркировке, также показано, что свойства маркированной поверхности определяются не только видимой

контрастностью, но и изменением рельефа, шероховатости и микроструктуры. Исследования контрастности и геометрии маркировки подтверждают, что лазерное обозначение формируется в результате локального изменения поверхности, а не только вследствие оптического эффекта. Однако в большинстве таких работ задача ограничивается обеспечением читаемости плоской или слабоуглублённой маркировки. Вопрос о формировании именно выпуклой рельефной маркировки, причём на аустенитной коррозионностойкой стали, остаётся существенно менее разработанным [35;81].

Предварительные результаты одной из работ по теме диссертации показали, что при наносекундном лазерном воздействии на сталь 12X18H10T возможно формирование контролируемого рельефа при сохранении аустенитной основы поверхностного слоя и отсутствии признаков выраженного карбидообразования. С учётом этого, а также с опорой на общие закономерности лазерного структурирования функциональных поверхностей, можно сделать вывод, что управляемое перераспределение расплава является наиболее обоснованной технологической основой для получения выпуклой рельефной маркировки. При этом принципиально важным остаётся выбор такой области параметров, в которой формирование рельефа сочетается с ограниченным тепловым влиянием и сохранением эксплуатационных свойств материала [70;75;97].

Таким образом, управляемое перераспределение расплава следует рассматривать как ключевую физико-технологическую предпосылку настоящего исследования. Современные работы подтверждают принципиальную возможность формирования выступающих структур за счёт переплава и перемещения жидкой фазы, однако применительно к аустенитной коррозионностойкой стали 12X18H10T, задачам долговечной маркировки, использованию стандартного маломощного наносекундного оборудования и необходимости сохранения структурно-фазовой стабильности поверхностного слоя данный вопрос остаётся недостаточно изученным. Именно это определяет постановку настоящей диссертационной работы.

1.9 Выводы по главе 1

Проведённый анализ литературных источников показал, что для изделий нефтегазового и криогенного назначения, эксплуатируемых в условиях переменных температур, повышенной влажности, воздействия коррозионно-активных сред и механических нагрузок, в качестве конструкционных материалов широко применяются аустенитные коррозионностойкие стали. Их использование обусловлено сочетанием высокой коррозионной стойкости, пластичности, свариваемости и способности сохранять работоспособность в широком температурном диапазоне. В числе таких материалов особый интерес представляет сталь 12X18H10T, обладающая технологичностью и достаточной структурной стабильностью, но в то же время чувствительная к условиям термического воздействия.

Установлено, что работоспособность аустенитных коррозионностойких сталей определяется не только их исходным химическим составом и структурой, но и влиянием технологических операций локального высокотемпературного воздействия, сопровождающих изготовление, сборку, ремонт и эксплуатационное обслуживание изделий. Показано, что сварка, повторные ремонтные нагревы, локальная правка и другие тепловые воздействия способны изменять микроструктуру, состояние поверхности, коррозионную стойкость и долговечность материала. Следовательно, любая локальная технология маркирования ответственных изделий должна оцениваться не только с точки зрения читаемости обозначения, но и с позиции её влияния на состояние поверхностного слоя материала.

Анализ структурно-фазовых превращений в аустенитных сталях при локальном высокотемпературном воздействии показал, что основными неблагоприятными процессами являются выделение карбидов типа $M_{23}C_6$, образование σ -фазы, изменение роли и состояния δ -феррита, а в ряде случаев – и мартенситные превращения. Все перечисленные процессы прямо или косвенно связаны со снижением коррозионной стойкости, ухудшением пластичности и локальной эксплуатационной надёжности материала. Это означает, что

технология формирования выпуклой маркировки на стали 12X18H10T должна рассматриваться не только как способ геометрического преобразования поверхности, но и как процесс, ограниченный требованиями к сохранению аустенитной структуры и стабильности эксплуатационных свойств.

Показано, что маркировка изделий нефтегазового и криогенного назначения должна обеспечивать однозначную идентификацию и прослеживаемость изделия, сохранять читаемость в течение всего жизненного цикла и быть устойчивой к действию климатических, коррозионных и механических факторов. При этом маркировка не должна формировать опасные концентраторы напряжений, ухудшать состояние поверхности или вызывать локальную деградацию материала. Сопоставление существующих способов маркировки показало, что временные методы не удовлетворяют требованиям долговечности, а механические методы ограниченно применимы для ответственных изделий вследствие локального повреждения поверхности. Наиболее перспективным направлением является лазерная маркировка, однако её применимость к коррозионностойким сталям определяется необходимостью строгого контроля механизма и режима воздействия.

Рассмотрение физических основ взаимодействия лазерного излучения с металлической поверхностью показало, что конечный результат лазерной обработки определяется балансом между поглощением энергии, теплопроводностью, плавлением, испарением и гидродинамикой расплава. Для наносекундной обработки принципиальный интерес представляет промежуточная область параметров, в которой формируется устойчивая жидкая фаза, а интенсивное удаление материала ещё не приобретает доминирующего значения. Именно эта область позволяет рассматривать лазерное воздействие как способ получения рельефа за счёт перераспределения расплава, а не только за счёт абляционного удаления материала.

Анализ современных лазерных технологий формирования управляемого рельефа на металлических материалах показал, что в настоящее время разработан ряд подходов, основанных на целенаправленном переплаве и перемещении

жидкой фазы, включая технологии Surfi-Sculpt, WaveShape и импульсное лазерное микроструктурирование. Эти исследования подтверждают принципиальную возможность получения выступающих структур без применения присадочного материала за счёт управления тепловложением, траекторией сканирования и гидродинамикой расплава. Вместе с тем установлено, что большая часть опубликованных работ ориентирована на функциональное текстурирование поверхности, решение адгезионных и трибологических задач либо выполнена на материалах, отличных от аустенитных коррозионностойких сталей.

В результате анализа предпосылок настоящего исследования установлено, что управляемое перераспределение расплава следует рассматривать как наиболее обоснованную технологическую основу формирования выпуклой рельефной маркировки. Показано, что при определённом сочетании параметров наносекундной лазерной обработки возможно формирование контролируемого рельефа за счёт перемещения жидкой фазы без существенного удаления материала. Однако применительно к стали 12X18H10T, задачам долговечной маркировки изделий нефтегазового и криогенного назначения, использованию стандартного маломощного наносекундного оборудования и необходимости сохранения структурно-фазовой стабильности поверхностного слоя данный вопрос остаётся недостаточно изученным.

Таким образом, по результатам выполненного анализа можно сформулировать следующие основные выводы.

1. Аустенитные коррозионностойкие стали, в том числе 12X18H10T, являются перспективными материалами для изделий нефтегазового и криогенного назначения, однако их эксплуатационная надёжность существенно зависит от характера локального теплового воздействия на поверхностный слой.

2. Локальные высокотемпературные технологические воздействия способны вызывать неблагоприятные структурно-фазовые превращения и ухудшение коррозионной стойкости аустенитных сталей, что ограничивает

применение традиционных способов маркирования и требует разработки более щадящих технологий.

3. Маркировка ответственных изделий должна быть долговечной, читаемой, устойчивой к коррозионным и механическим воздействиям и не должна снижать работоспособность материала.

4. Наиболее перспективным направлением является лазерная технология, позволяющая формировать маркировку непосредственно на поверхности изделия, однако её применение требует выбора режима, обеспечивающего контролируемое воздействие на поверхностный слой.

5. Современные лазерные технологии подтверждают возможность формирования выпуклого рельефа за счёт управляемого перераспределения расплава, но применительно к аустенитной стали 12Х18Н10Т и задаче выпуклой маркировки данное направление остаётся недостаточно разработанным.

На основании изложенного целью работы является разработка технологии лазерной обработки, сохраняющей аустенитную структуру, предотвращающей выделение карбидов Cr_{23}C_6 по границам зёрен, образование σ -фазы и δ -феррита и позволяющей получать выпуклую рельефную маркировку с требуемым комплексом эксплуатационных свойств на изделиях нефтегазового и криогенного оборудования.

Для достижения поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. Проведение научного анализа литературных источников, посвященных выбору способа поверхностной обработки материалов оборудования нефтегазового комплекса и криогенной техники, позволяющих получить маркировку с высокой идентификационной способностью в течение всего срока службы.

2. Определение влияния параметров импульсной лазерной обработки волоконным наносекундным инфракрасным лазером ($\lambda = 1064$ нм) на динамику перемещения расплава и формирование выпуклого рельефа.

3. Установление закономерностей влияния параметров импульсной лазерной обработки и стратегии сканирования на динамику перемещения расплава и формирование геометрии выпуклого рельефа.

4. Проведение исследований структурно-фазового и химического состава в зоне сформированного выпуклого рельефа.

5. Проведение оценки коррозионной стойкости зоны выпуклой рельефной маркировки на изделиях из стали 12X18H10T по результатам электрохимических исследований и ускоренных коррозионных испытаний в камере солевого тумана (КСТ).

6. Проведение оценки устойчивости выпуклой рельефной маркировки к внешним механическим воздействиям по результатам испытаний на абразивное изнашивание, включая анализ сохранности геометрии рельефа и визуальной читаемости маркировки.

7. Разработка рекомендаций по применению разработанной технологии формирования выпуклой рельефной маркировки изделий из стали 12X18H10T, а также возможности применения лазерной обработки при сварке тонкостенных изделий из стали 12X18H10T.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ, ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материалы для исследований

В качестве материала для исследования использовали коррозионностойкую аустенитную сталь марки 12Х18Н10Т по ГОСТ 5632–72 [12]. Выбор данного материала обусловлен его широким применением при изготовлении изделий, эксплуатируемых в нефтегазовой, криогенной и химической отраслях промышленности. Химический состав исследуемой стали приведён в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Химический состав стали 12Х18Н10Т [12]

Элемент	C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr
Содержание, %	до 0,12	до 0,8	до 2	9–11	до 0,02	до 0,035	17–19
Элемент	Cu	Ti			Fe		
Содержание, %	до 0,3	(5С – 0,8) Ti			остальное		

Для проведения лазерной обработки использовали образцы, изготовленные из пластин размерами 60×30×5 мм, 60×20×5 мм и 25×5×5 мм. Размеры образцов подбирали с учётом необходимости исключения перегрева материала в процессе обработки, в том числе вследствие отражения и перераспределения тепловой волны в объёме пластины.

2.2 Оборудование для лазерной обработки

Образцы обрабатывали лазерным излучением с длиной волны 1064 нм. В работе использовали волоконный лазерный источник YPLN-1-100-100-M фирмы IPG Photonics, обеспечивающий среднюю мощность излучения до 100 Вт и работающий в диапазоне частот следования импульсов 2–500 кГц. Лазерный источник был интегрирован в автоматизированную систему МиниМаркер 2 производства ООО «Лазерный Центр». В состав системы входили сканирующая головка и объектив с F-Theta-линзой. На рисунке 2.1 представлен внешний вид используемого оборудования для формирования выпуклого рельефа.

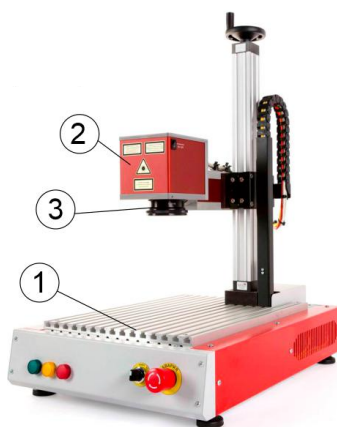


Рисунок 2.1 – Внешний вид системы «МиниМаркер 2», включающей систему управления с источником лазерного излучения (1), сканирующую головку (2) и F-theta-объектив (3) [20]

Фокусная апертура лазерного пучка составляла 60 мкм. Значение фокусной апертуры определяется используемым объективом. Размер формируемого отпечатка и ширина зоны термического влияния зависят как от оптических параметров системы, так и от свойств обрабатываемого материала и режимов лазерной обработки. Указанные параметры уточняли экспериментально. Сканирующая система была настроена производителем таким образом, что при использовании объектива, обеспечивающего диаметр пучка 60 мкм, размер рабочего поля составлял 180×180 мм. Максимальная скорость сканирования системы может достигать 15000 мм/с. Общие технические характеристики лазерной системы приведены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Общие технические характеристики лазерной системы [20]

Параметр	Значение
Модели источников	YPLN-1-100-100-M
Архитектура	Оптоволоконный с модулированной добротностью
Длина волны (λ)	1064 нм
Максимальная мощность излучателя (P_{avg})	100 Вт
Частота следования импульсов (F)	2–200 кГц
Максимальная энергия одиночного импульса (E_i)	1 мДж
Длительность импульса (τ)	120 нс
Качество пучка (M^2)	< 2
Фокусная апертура лазерного пучка (d_0)	60 мкм
Максимальная скорость сканирования (V_{max})	15000 мм/с

2.3 Измерение геометрических параметров выпуклого рельефа

Параметры выпуклого рельефа определяли методом оптической микроскопии с использованием инспекционного микроскопа ADF C150 (рисунок 2.2). Для проведения измерений изготавливали металлографические шлифы, позволяющие исследовать выпуклый рельеф в поперечном сечении. Оценку геометрических параметров выполняли по поперечным шлифам, в том числе определяли высоту выпуклого рельефа, ширину основания и особенности формы выступа. Для повышения достоверности результатов измерения проводили по трём поперечным срезам, выполненным в различных участках образца, после чего полученные данные сопоставляли между собой.



Рисунок 2.2 – Инспекционный микроскоп ADF C150 [17]

2.4 Исследование микроструктуры в зоне лазерной обработки

Исследование микроструктуры сформированного выпуклого рельефа проводили на металлографических шлифах после химического травления. Травление выполняли в реактиве «царская водка». Оценку микроструктуры и

определение величины зерна осуществляли в соответствии с ГОСТ 5639–1982 [13] с использованием оптического микроскопа Zeiss Axio Observer 3 (рисунок 2.3).



Рисунок 2.3 – Оптический микроскоп Zeiss Axio Observer 3 [19]

2.5 Исследование фазового состава

Анализ фазового состава проводили методом рентгеновской дифрактометрии с использованием многофункционального рентгеновского дифрактометра Rigaku Ultima IV (рисунок 2.4) [18]. Дифрактометр был оснащён комплексом управляющих программ и программным обеспечением для обработки данных PDXL (X-ray Powder Diffraction Software). Рентгенографирование образцов выполняли в фильтрованном излучении $\text{CuK}\alpha_1$. Съёмку проводили в геометрии Брэгга–Брентано ($\theta/2\theta$). Регистрацию дифрагированного излучения осуществляли с помощью энергодисперсионного детектора D/teX Ultra при скорости сканирования $0,5^\circ/\text{мин}$. Коллимацию первичного рентгеновского пучка обеспечивали с использованием щелей $1/2^\circ \times 2$ мм и щели Шульца 1 мм. Кроме того, на первичном и дифрагированном пучках применяли щели Соллера с расходимостью 5° . Режим работы рентгеновской трубки составлял 40 кВ / 40 мА.



Рисунок 2.4 – Многофункциональный рентгеновский дифрактометр Rigaku Ultima IV [23]

2.6 Элементный анализ

Элементный состав исследуемых зон сформированного выпуклого рельефа определяли методом энергодисперсионного рентгеновского анализа (EDS) с использованием сканирующего электронного микроскопа Tescan Mira 3 (рисунок 2.5). Анализ выполняли по характерным участкам поперечного сечения выпуклого рельефа, что позволило оценить химическую неоднородность сформированного рельефа, выявить локальные особенности распределения элементов и сопоставить состав отдельных зон с составом металлической основы.



Рисунок 2.5 – Сканирующий электронный микроскоп Tescan Mira 3 [114]

2.7 Исследование микротвёрдости

Измерение микротвёрдости проводили методом Виккерса в соответствии с ГОСТ 9450–76 «Измерение микротвёрдости вдавливанием алмазных наконечников» с использованием твердомера Виккерса DuraScan-50 G5 (рисунок 2.6) [16]. Измерения выполняли на различных участках поперечного сечения выпуклого рельефа, что позволило оценить распределение микротвёрдости по отдельным зонам сформированного выпуклого рельефа.



Рисунок 2.6 – твердомер Виккерса DuraScan-50 G5 [25]

2.8 Испытания в камере соляного тумана

Оценку стойкости к воздействию соляного тумана проводили в камере соляного тумана. Испытания выполняли с учётом требований стандартов ASTM B117 и ГОСТ 9.308–85 [36;14]. Для исследований были подготовлены 6 образцов из стали 12Х18Н10Т со сформированным выпуклым рельефом в виде линии и для сравнения – 6 образцов в исходном состоянии представленные на рисунке 2.7.

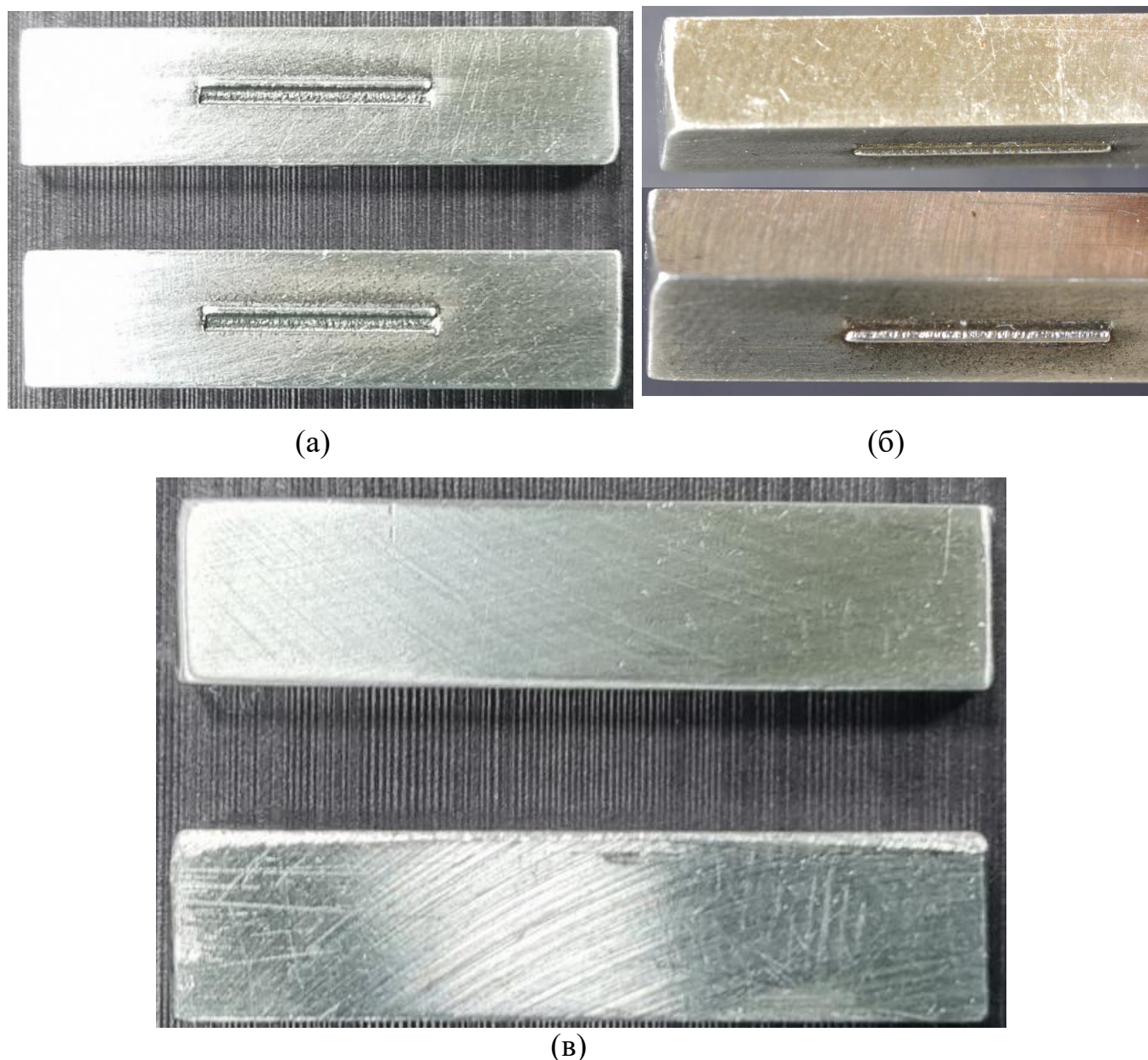


Рисунок 2.7 – Внешний вид образцов, подготовленных для испытаний: а – образцы со сформированным выпуклым рельефом, вид сверху; б – образцы с нанесённым рельефом, вид сбоку; в – образцы в исходном состоянии [фото автора]

Подготовленные образцы помещали в камеру соляного тумана (рисунок 2.8) и выдерживали при температуре $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 240 ч. Были проведены две серии испытаний. В первой серии распыление осуществляли водным раствором NaCl концентрацией (50 ± 5) г/дм³ при температуре раствора $(35 \pm 2)^\circ\text{C}$. Во второй серии образцы выдерживали в течение 240 ч в подкисленном растворе NaCl концентрацией (50 ± 5) г/дм³ при pH = 3,0. В обоих случаях распыление соляного раствора осуществляли в непрерывном режиме.



Рисунок 2.8 – Камера соляного тумана [фото автора]

Результаты испытаний оценивали визуально, а также гравиметрическим методом с использованием аналитических весов (рисунок 2.9). Образцы взвешивали до и после проведения испытаний.



Рисунок 2.9 – Аналитические весы [фото автора]

2.9 Электрохимические исследования

Для проведения электрохимических испытаний использовали потенциостат VersaSTAT 4. В качестве электрода сравнения применяли хлорсеребряный

электрод ЭВЛ-1МЗ.1, в качестве вспомогательного электрода – платиновый электрод. Исследования проводили при комнатной температуре в 5 %-ном водном растворе NaCl. Подготовка образцов включала припаивание медного токоотвода и изоляцию нерабочих участков с использованием термостойкого лакокрасочного покрытия. Исследуемую поверхность перед испытаниями обезжировали. Оценку проводили для двух зон: основного металла и металла после лазерной обработки. Во всех случаях не подлежащие исследованию участки дополнительно изолировали. Стенд для проведения электрохимических исследований представлен на рисунке 2.10.

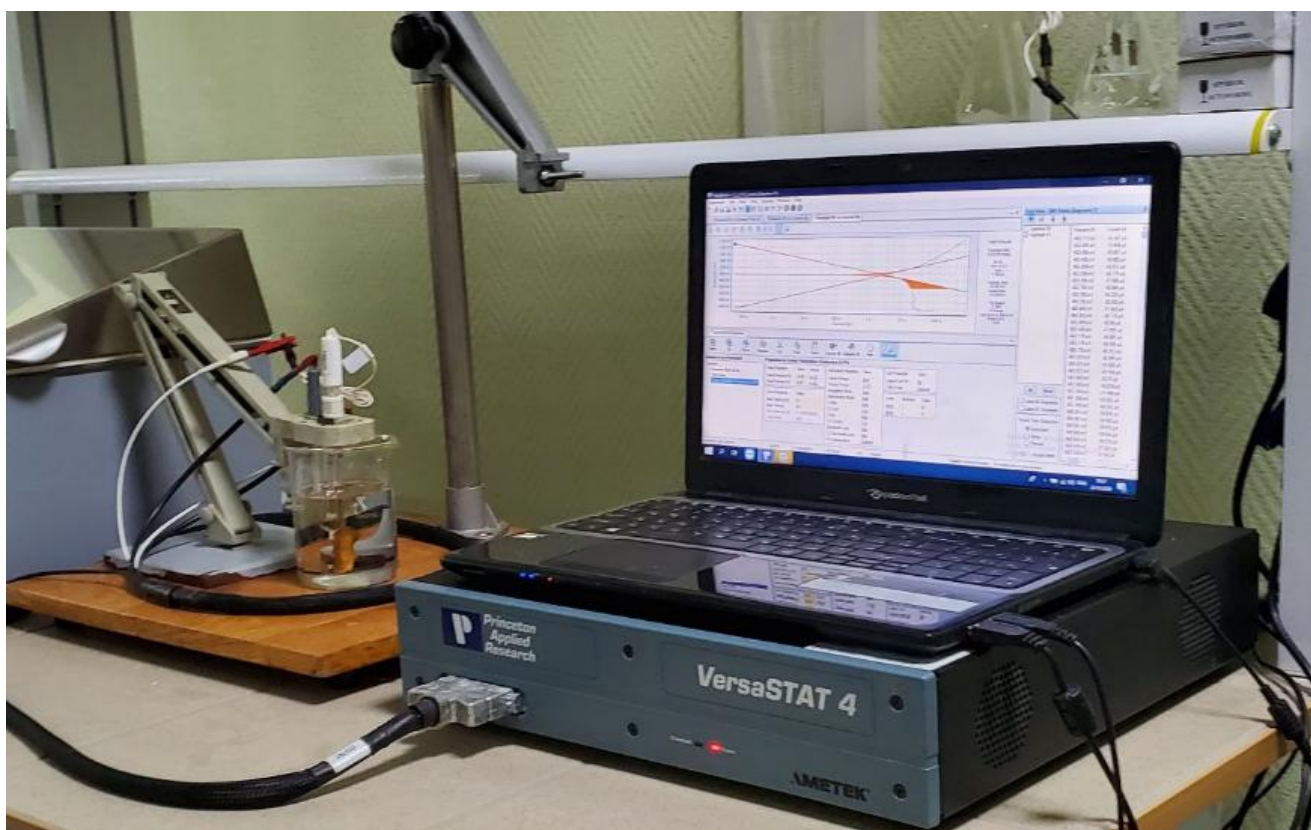


Рисунок 2.10 – Стенд для проведения электрохимических исследований [фото автора]

В ходе испытаний регистрировали потенциал коррозии, изменение потенциала во времени, а также снимали поляризационные кривые, используемые для расчёта коррозионных характеристик. Перед началом измерений образец помещали в электрохимическую ячейку, подключали к потенциостату и в течение 20 мин (1200 с) регистрировали равновесный потенциал коррозии $E_{кор}$. Затем проводили анодную потенциодинамическую поляризацию в интервале

потенциалов от -250 до $+1700$ мВ относительно $E_{\text{кор}}$ при скорости развертки $0,16$ мВ/с с получением поляризационной кривой.

По полученным поляризационным кривым графическим методом определяли потенциал коррозии $E_{\text{корр}}$, потенциал питтингообразования $E_{\text{пит}}$ и плотность тока коррозии $j_{\text{кор}}$. За потенциал коррозии $E_{\text{корр}}$ принимали значение потенциала, установившееся к концу регистрации равновесного потенциала. Потенциал питтингообразования $E_{\text{пит}}$ определяли по поляризационной кривой в линейных координатах как потенциал, при котором наблюдался резкий рост плотности тока, соответствующий образованию стабильного питтинга.

Дополнительно в качестве характеристики коррозионной стойкости использовали базис питтингостойкости ΔE в соответствии с ГОСТ 9.912–89 [15]. Базис питтингостойкости определяли как разность между потенциалом питтингообразования и потенциалом коррозии по формуле 2.1:

$$\Delta E = E_{\text{пит}} - E_{\text{корр}}, \quad (2.1)$$

где $E_{\text{пит}}$ – потенциал питтингообразования, В;

$E_{\text{корр}}$ – потенциал коррозии, В.

Чем выше значение ΔE , тем большей стойкостью к питтинговой коррозии обладает материал в исследуемой среде.

Для определения плотности тока коррозии $j_{\text{кор}}$ поляризационную кривую строили в логарифмических, или тафельских, координатах. По линейному участку анодной ветви поляризационной кривой строили касательную по двум точкам, выбранным при эмпирически установленных значениях потенциала. Полученную прямую экстраполировали до значения $E_{\text{корр}}$, после чего определяли плотность тока коррозии $j_{\text{кор}}$, соответствующую равновесному потенциалу коррозии (рисунок 2.11).

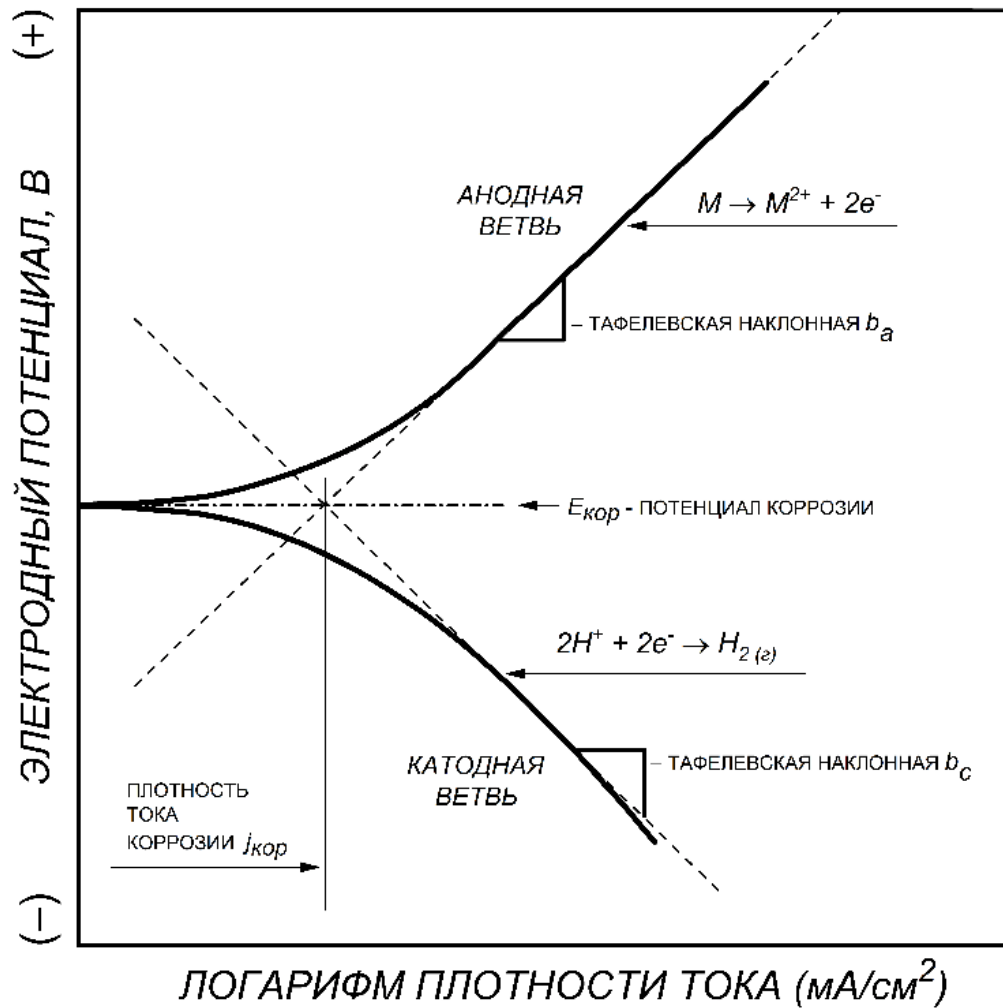


Рисунок 2.11 – Построение тафелевской прямой (касательной) к линейному участку анодной ветви [составлено автором]

На основании полученных значений плотности тока коррозии рассчитывали теоретическую скорость коррозии по формуле, выведенной из законов электролиза Фарадея, в соответствии со стандартами ASTM G59 и ASTM G102 по формуле 2.2 [38;37]:

$$СК = K_1 \cdot \frac{j_{кор}}{\rho} \cdot ЭВ, \quad (2.2)$$

где СК – скорость коррозии, мм/год;

K_1 – поправочный коэффициент, $K_1 = 3,27 \cdot 10^{-3} (\text{мм} \cdot \text{г}) / (\text{мкА} \cdot \text{см} \cdot \text{год})$;

$j_{кор}$ – плотность тока коррозии, мкА/см²;

ρ – плотность исследуемого материала, г/см³;

ЭВ – эквивалентный вес материала, г/экв.

Эквивалентный вес рассчитывали по формуле 2.3:

$$\text{ЭВ} = \frac{1}{\sum \left(\frac{n_i g_i}{W_i} \right)}, \quad (2.3)$$

где n_i – валентность i -го элемента, безразмерная величина;

W_i – атомная масса i -го элемента, г/моль;

g_i – массовая доля i -го элемента, безразмерная массовая доля.

2.10 Оценка стойкости выпуклой рельефной маркировки к абразивному износу

Оценку стойкости лазерной маркировки к абразивному износу проводили на трёх образцах размером 60×15 мм, на рабочей поверхности которых был сформирован выпуклый рельеф в виде символов аббревиатуры «МИТХИ». Образцы были условно обозначены как № 1, № 2 и № 3. Внешний вид исследованных образцов приведён на рисунке 2.12. Испытания выполняли по схеме dry sand/rubber wheel в соответствии с ASTM G65 при нагрузке 130 Н [39]. Общая продолжительность испытаний составляла 4000 оборотов колеса, что соответствовало пути трения 2872 м. В ходе испытаний оценивали массопотерю, потерю объёма и изменение внешнего вида зоны износа.



Рисунок 2.12 – Внешний вид образцов, использованных для исследований [фото автора]

Программа испытаний предусматривала сравнительную оценку массопотери и объёмного износа в процессе абразивного воздействия при 4000 оборотах колеса, что соответствовало общему пути трения 2872 м. Программа исследований приведена в таблице 2.3.

Таблица 2.3 – Программа исследований [составлено автором]

№ п.п.	Метод	Нормативная документация
1	Определение исходных параметров	
1.1	Определение плотности образцов	ГОСТ 20018-74
1.2	Фотофиксация исходного внешнего вида	ASTM G65
1.3	Определение исходной массы	
2	Проведение испытаний рабочей стороны (нагрузка 130 Н)	
2.1	Оценка массопотери, потери объёма после N оборотов колеса (100, 200, 400, 600, 1000, 1400, 2200, 4000)	ASTM G65
2.2	Оценка изменения внешнего вида зоны износа	
3	Проведение испытаний обратной стороны (Нагрузка 130 Н)	
3.1	Замер массопотери и изменения объёма после N оборотов колеса (1000, 2200, 4000)	ASTM G65

Плотность образцов определяли методом гидростатического взвешивания в соответствии с ГОСТ 20018–74 [11]. Сущность метода заключалась в взвешивании образца в воздухе и в жидкости известной плотности с использованием оснастки известной массы. В качестве рабочей жидкости применяли дистиллированную воду. Измерения выполняли на аналитических весах с точностью 0,0001 г. Температура воздуха в помещении на момент проведения измерений составляла +23 °С.

Испытания на абразивный износ проводили на стенде, изготовленном в соответствии с требованиями ASTM G65 Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand/Rubber Wheel Apparatus. Метод основан на истирании поверхности образца абразивом, подаваемым в зону контакта между образцом и вращающимся колесом из неопреновой резины. В ходе испытаний образец устанавливали в слот стенда и прижимали к колесу с заданной нагрузкой. В пространство между поверхностью образца и колесом непрерывно подавали абразивный материал, в качестве которого использовали речной песок. После

этого колесо приводили во вращение в направлении потока абразива. Общая нагрузка, путь трения и интервалы промежуточного съёма задавались в соответствии с программой испытаний. После каждого этапа испытаний определяли массопотерю образца, рассчитывали потерю объёма и проводили фотофиксацию зоны износа. Массу образцов измеряли на аналитических весах с точностью 0,0001 г. Фотофиксацию внешнего вида поверхности выполняли на стенде для металлографических исследований. В связи с тем, что размеры исследуемых образцов не соответствовали стандартным размерам слота испытательного стенда, была изготовлена специальная оснастка, представленная на рисунке 2.13. Оснастка обеспечивала надёжное закрепление образца в строго фиксированном положении, что позволяло при каждом последующем цикле испытаний воспроизводимо позиционировать образец и точно попадать в ранее сформированную зону износа. На рисунке 2.14 представлен закреплённый образец и образец в процессе испытаний.



Рисунок 2.13 – Оснастка для установки образца в слот стенда ASTM G65 [фото автора]

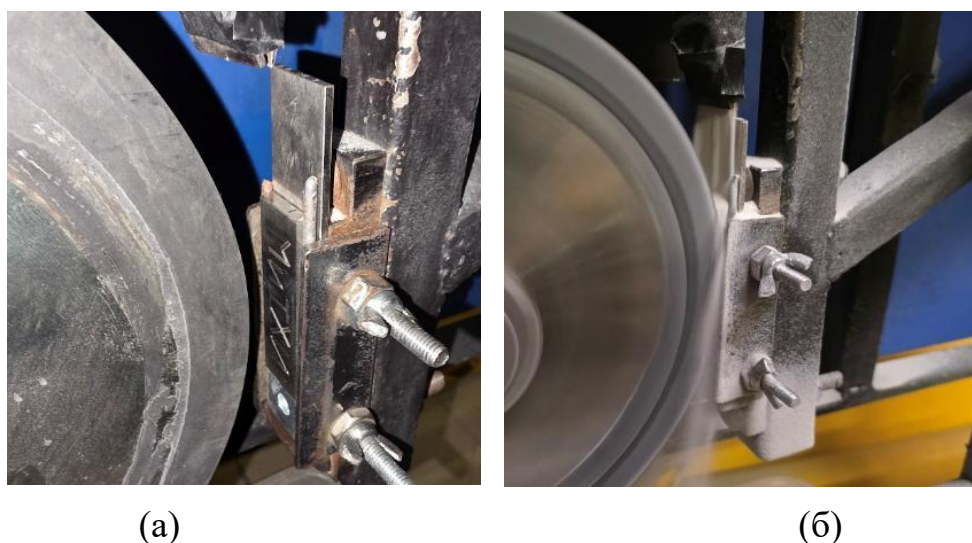
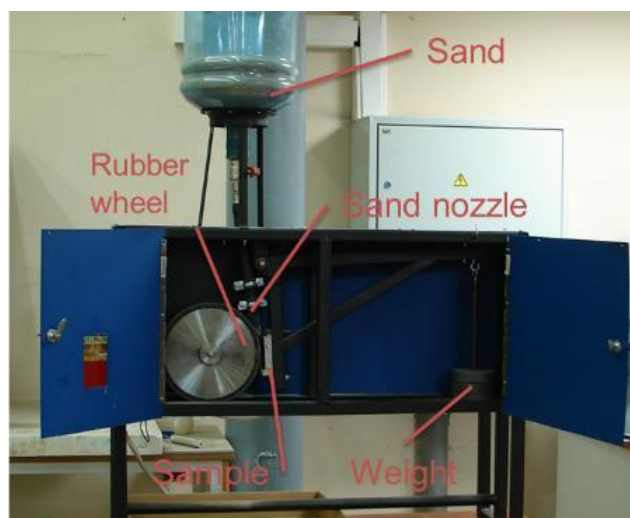


Рисунок 2.14 – Закреплённый образец в оснастке в слоте (а), образец в процессе испытаний (б) [фото автора]

Для проведения исследований использовали аналитические весы, стенд для испытаний по ASTM G65 и стенд для металлографических исследований, применявшийся для фотофиксации поверхности до и после износа (рисунок 2.15).



(a)



(б)



(в)

Рисунок 2.15 – Используемое оборудование: аналитические весы (а); стенд ASTM G65 (б); стенд для металлографических исследований (в) [фото автора]

2.11 Методика исследования получения выпуклого рельефа перераспределением расплава

Формирование выпуклого рельефа на поверхности стали 12X18H10T осуществляли на основе ранее разработанной технологии получения выпуклого рельефа на стали Ст3, реализуемой за счёт направленного перераспределения расплава в зоне лазерного воздействия [2]. На рисунке 2.16 приведены основные

параметры лазерной обработки и геометрические характеристики поперечного сечения сформированного выпуклого рельефа.

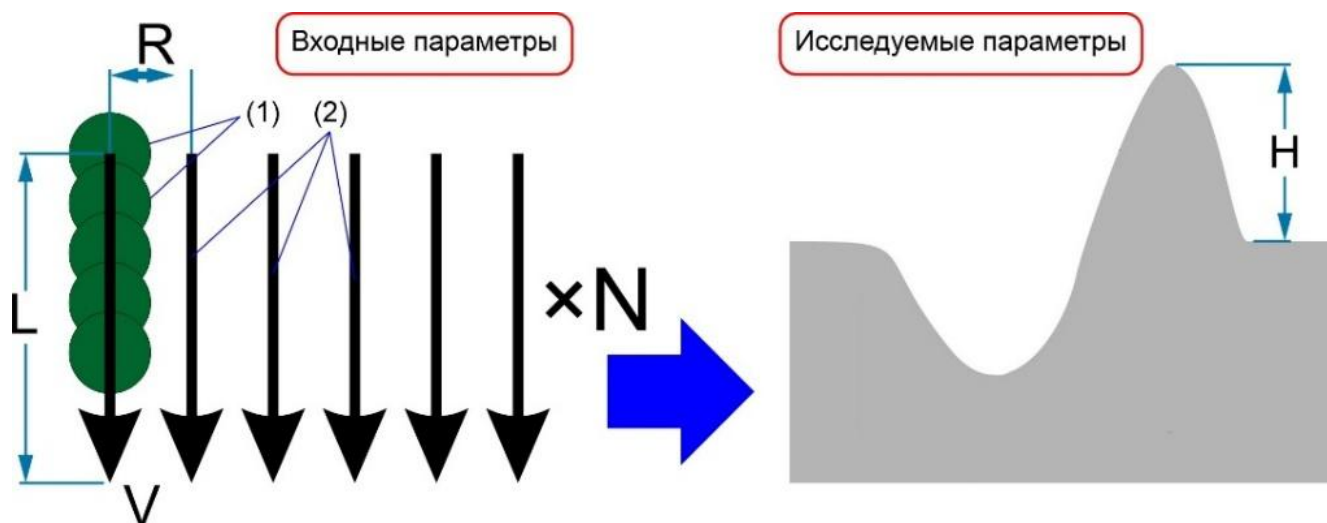


Рисунок 2.16 – Схема параметров лазерной обработки и геометрических характеристик поперечного сечения выпуклого рельефа, формируемого методом перемещения расплава: 1 – пятна лазерного излучения на поверхности; 2 – линии сканирования; L – длина линий сканирования, мм; R – расстояние между линиями сканирования, мкм; V – скорость сканирования, мм/с; N – количество циклов обработки, ед.; H – высота рельефа, мкм [составлено автором]

Для реализации данного метода линии обработки располагали перпендикулярно образующей линии формируемого выпуклого рельефа.

2.7 Выводы по главе 2

Во второй главе приведены материалы, оборудование и методы исследования, использованные для изучения формирования выпуклого рельефа и изменения свойств поверхностного слоя после лазерной обработки.

В качестве материала исследования выбрана коррозионностойкая аустенитная сталь 12X18H10T, широко применяемая при изготовлении изделий нефтегазового, криогенного и химического назначения. Для лазерной обработки использован автоматизированный комплекс МиниМаркер 2 с волоконным лазерным источником YPLN-1-100-100-M, обеспечивающий реализацию режимов

обработки, необходимых для формирования выпуклого рельефа за счёт перераспределения расплава.

Для оценки геометрических параметров выпуклого рельефа и структурного состояния поверхностного слоя выбраны методы оптической микроскопии, металлографического анализа, рентгеновской дифрактометрии, энергодисперсионного рентгеновского анализа и измерения микротвёрдости. Применение указанных методов позволило исследовать геометрию выпуклого рельефа, особенности микроструктуры, фазовый и элементный состав, а также распределение микротвёрдости в зоне лазерного воздействия.

Для оценки эксплуатационных свойств сформированного выпуклого рельефа использованы испытания в камере соляного тумана, электрохимические исследования и испытания на абразивный износ. Совокупность выбранных методов обеспечивает комплексную оценку влияния лазерной обработки на геометрические параметры выпуклого рельефа, структурно-фазовое состояние поверхностного слоя, коррозионную стойкость и износостойкость маркировки.

ГЛАВА 3 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ФОРМИРОВАНИЯ ВЫПУКЛОГО РЕЛЬЕФА МЕТОДОМ ПЕРЕРАСПРЕДЕЛЕНИЯ РАСПЛАВА

3.1 Экспериментальная оценка влияния параметров лазерного излучения на динамику перераспределения расплава и формирование выпуклого рельефа

3.1.1 Выбор параметров лазерного излучения и режимов обработки поверхности

Исследование основывалось на ранее разработанной методике формирования выпуклого рельефа на стали Ст3 за счёт направленного перераспределения расплава и включало последовательное изучение процессов формирования выпуклого рельефа при многопроходной лазерной обработке по линейной траектории сканирования [2]. Целью первичного эксперимента являлась оценка влияния параметров лазерного излучения на формирование выпуклого рельефа и определение режимов, обеспечивающих его устойчивое получение с требуемыми геометрическими характеристиками и качеством поверхности.

В качестве основных показателей оценки использовали геометрические характеристики выпуклого рельефа, включая максимальную высоту выступа и формирование массивного профиля, в том числе увеличение ширины выступа у основания, а также качество поверхности выпуклого рельефа, характеризующее минимальным количеством дефектов, таких как неровности, пористость, грат, брызги, налипания и неоднородность профиля по длине.

Таким образом, задача первого этапа заключалась в определении такой области режимов лазерной обработки, при которой механизм перераспределения расплава реализуется устойчиво, а формируемый выпуклого рельеф имеет плавный и массивный профиль без выраженных поверхностных дефектов.

В качестве управляющих параметров рассматривали среднюю мощность излучения P , скорость сканирования V и частоту следования импульсов F . Выбор диапазона варьируемых параметров лазерной обработки осуществлялся с учётом теплофизических и оптических характеристик исследуемого материала с использованием зарегистрированной базы данных теплофизических и оптических

параметров металлов для подбора режимов лазерной обработки [24]. Диапазоны варьирования параметров указаны в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Диапазоны варьирования параметров лазерного излучения [составлено автором]

№	Параметр	Диапазон
1	Средняя мощность излучения (P), Вт	50-100
2	Скорость сканирования (V), мм/с	50-200
3	Частота следования импульсов (F), кГц	100-500

Эксперимент проводили последовательно, что позволило отдельно оценить влияние каждого параметра на геометрические характеристики и дефектность формируемого выпуклого рельефа. На первом этапе варьировали мощность излучения P при фиксированных значениях скорости сканирования и частоты следования импульсов. На втором этапе изменяли частоту следования импульсов F при фиксированных значениях мощности и скорости сканирования. На третьем этапе варьировали скорость сканирования V при фиксированных значениях мощности и частоты следования импульсов.

Для подбора мощности в качестве фиксированных значений были выбраны средние уровни из заданных диапазонов: $V = 100$ мм/с и $F = 300$ кГц. Такой подход позволял задать методически обоснованную исходную точку исследования и снизить вероятность попадания в заведомо крайние режимы, при которых устойчивое формирование выпуклого рельефа либо не реализуется, либо сопровождается резким увеличением дефектности поверхности.

На рисунках 3.1 и 3.2 представлены изображения поперечного сечения выпуклого рельефа, сформированного при различных значениях мощности лазерного излучения, и зависимость высоты выступа от мощности при фиксированных параметрах $V = 100$ мм/с и $F = 300$ кГц.

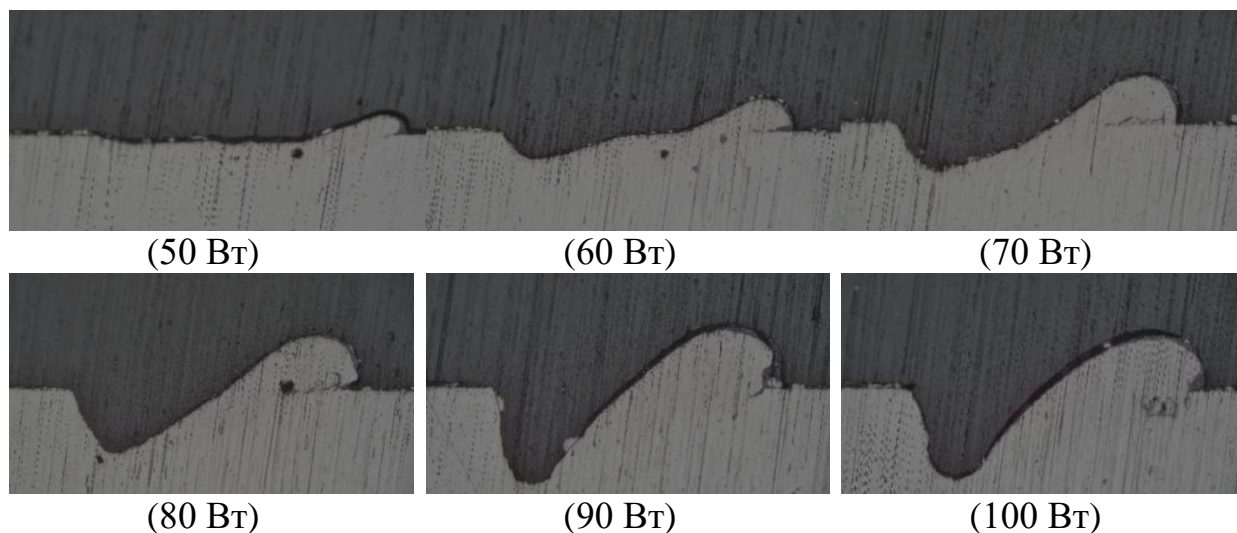


Рисунок 3.1 – Влияние мощности лазерного излучения P на форму поперечного сечения выпуклого рельефа при $V = 100$ мм/с и $F = 300$ кГц (увеличение $\times 50$)
[составлено автором]

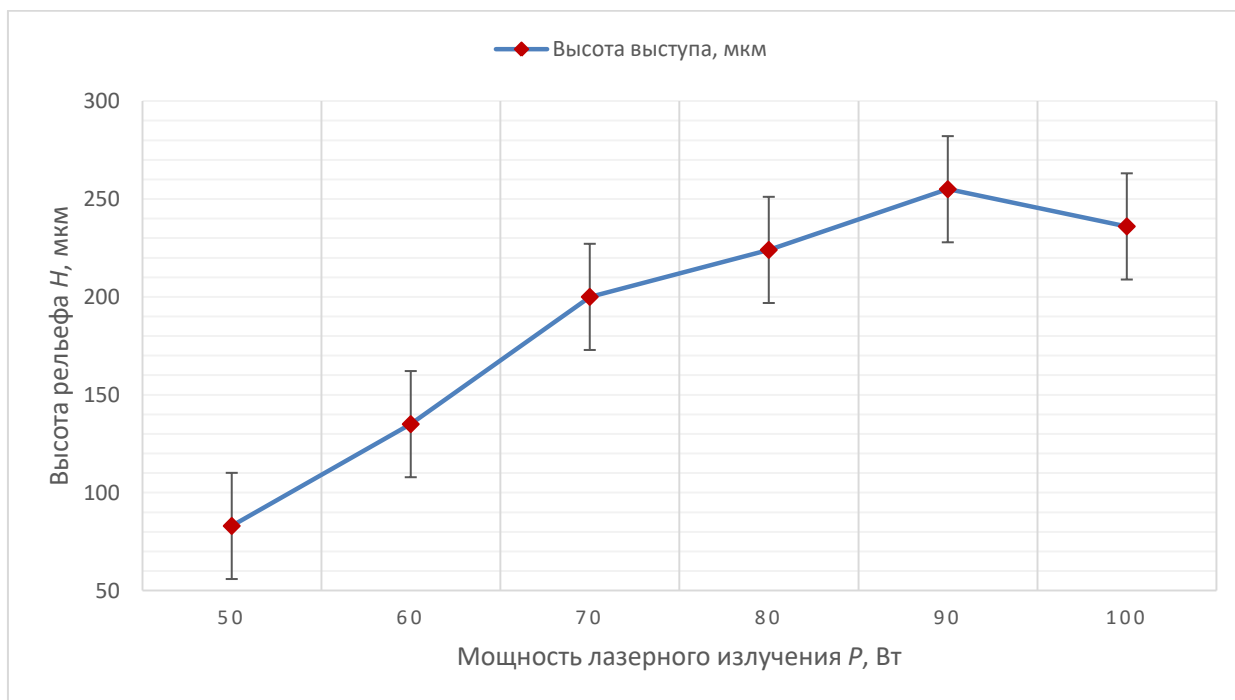


Рисунок 3.2 – Зависимость высоты выступа от мощности излучения P при $V = 100$ мм/с и $F = 300$ кГц [составлено автором]

Установлено, что уже при $P = 50$ Вт в зоне воздействия реализуется механизм перераспределения расплава, в результате чего формируется характерный асимметричный профиль выпуклого рельефа, включающий выступ с одной стороны и канавку с другой. С увеличением средней мощности излучения до $P = 90$ Вт наблюдается рост высоты выступа и глубины канавки при

сохранении непрерывности профиля по длине. При дальнейшем увеличении мощности до $P = 100$ Вт отмечается ухудшение качества поверхности, сопровождающееся ростом дефектности выпуклого рельефа, при этом высота выступа несколько снижается.

Таким образом, по совокупности признаков, включающих устойчивость формирования, максимальную высоту выпуклого рельефа и приемлемое качество поверхности, в качестве рационального значения для дальнейших исследований выбрана средняя мощность излучения $P = 90$ Вт.

На рисунках 3.3 и 3.4 представлены изображения поперечного сечения выпуклого рельефа, сформированного при различных значениях частоты следования импульсов, и зависимость высоты выступа от частоты следования импульсов при фиксированных значениях средней мощности излучения $P = 90$ Вт. и скорости сканирования $V = 100$ мм/с.

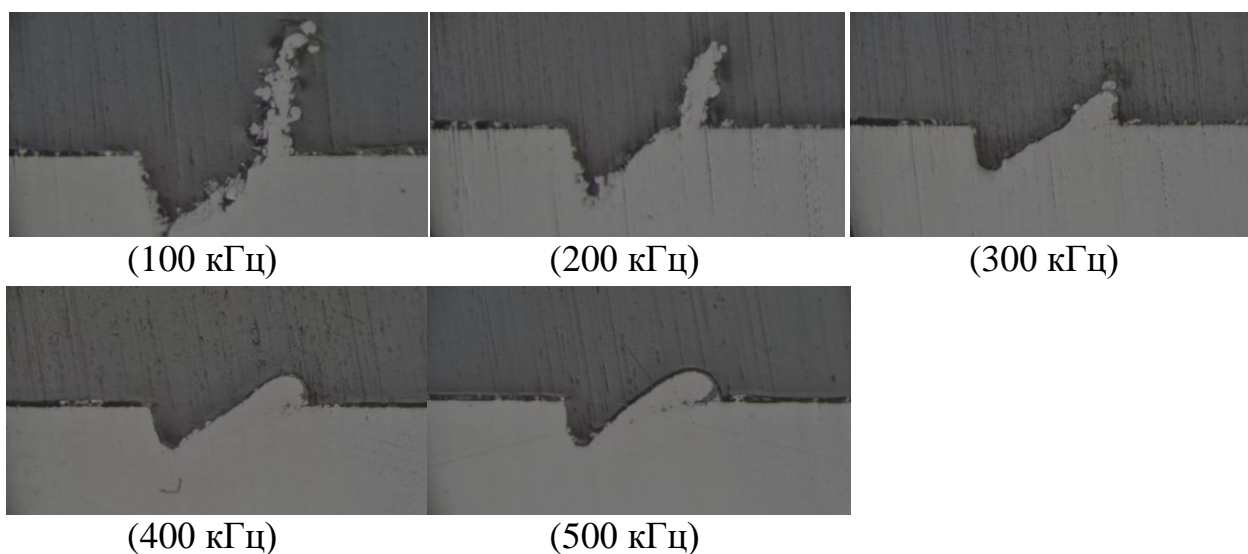


Рисунок 3.3 – Влияние частоты следования импульсов F на форму поперечного сечения выпуклого рельефа при $P = 90$ Вт и $V = 100$ мм/с (увеличение $\times 50$)

[составлено автором]

Установлено, что при увеличении частоты в диапазоне 100 – 500 кГц высота выступа в целом снижается. При этом в области 100 – 300 кГц формируется более высокий выпуклый рельеф, однако его профиль характеризуется повышенной шероховатостью и наличием дефектов, включая пористость и локальные наплывы. В диапазоне 400 – 500 кГц наблюдается формирование более плавного

и однородного выпуклого рельефа с минимальным количеством дефектов поверхности. Таким образом, экспериментально установлено, что наиболее благоприятная область частот, обеспечивающая получение плавного и малодефектного выпуклого рельефа, соответствует значениям $F \approx 400 - 500$ кГц.

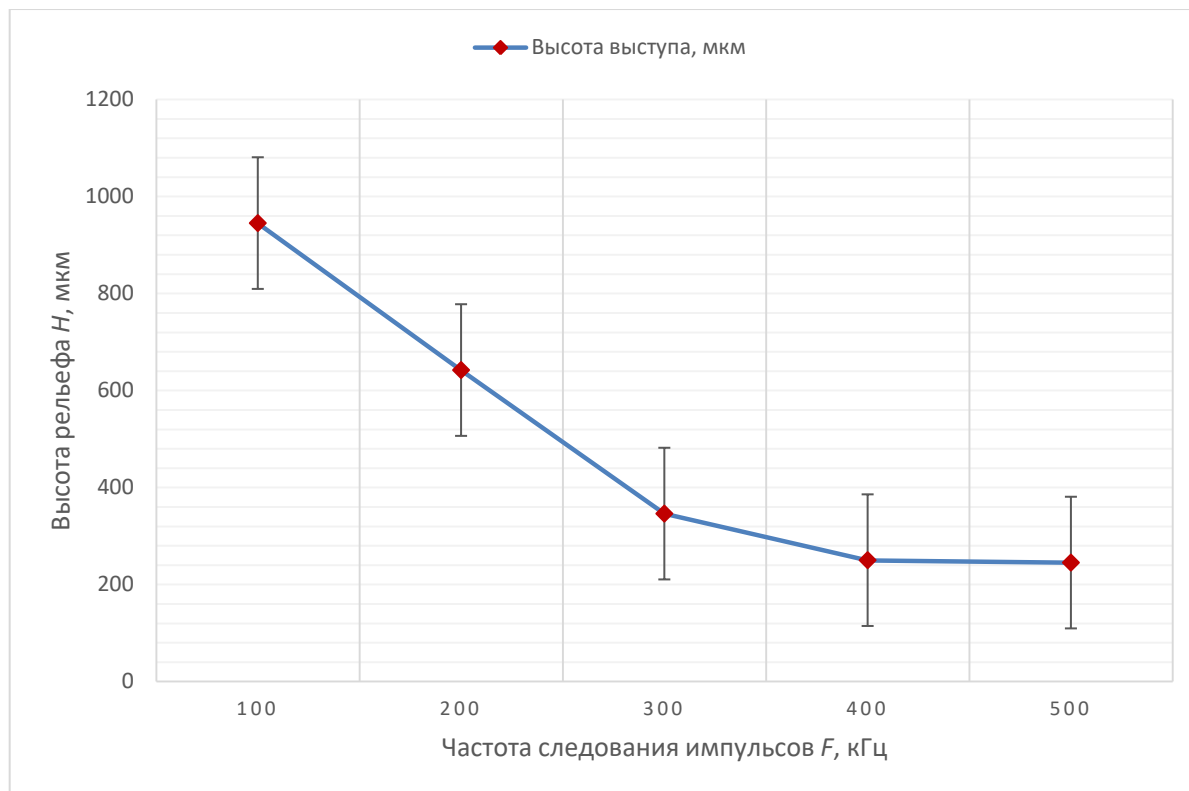


Рисунок 3.4 – Зависимость высоты выступа от частоты следования импульсов F при $P = 90$ Вт и $V = 100$ мм/с [составлено автором]

Таким образом, экспериментально установлено, что наиболее благоприятная область частот, обеспечивающая получение плавного и малодефектного выпуклого рельефа, соответствует значениям $F \approx 400 - 500$ кГц.

На рисунках 3.5 и 3.6 показано влияние скорости сканирования на форму поперечного сечения и высоту формируемого рельефа при фиксированных значениях средней мощности излучения P и частоты следования импульсов F . Установлено, что при снижении скорости сканирования высота выступа возрастает, однако одновременно увеличивается количество поверхностных дефектов, включая брызги, налипания и локальные нарушения плавности профиля. Это связано с повышением линейной плотности теплового воздействия и снижением устойчивости процесса перераспределения расплава. При

увеличении скорости сканирования выпуклый рельеф формируется более плавным, однако высота выступа последовательно уменьшается вследствие снижения тепловложения на единицу длины и сокращения времени существования жидкой фазы, необходимого для эффективного перемещения расплава до кристаллизации.

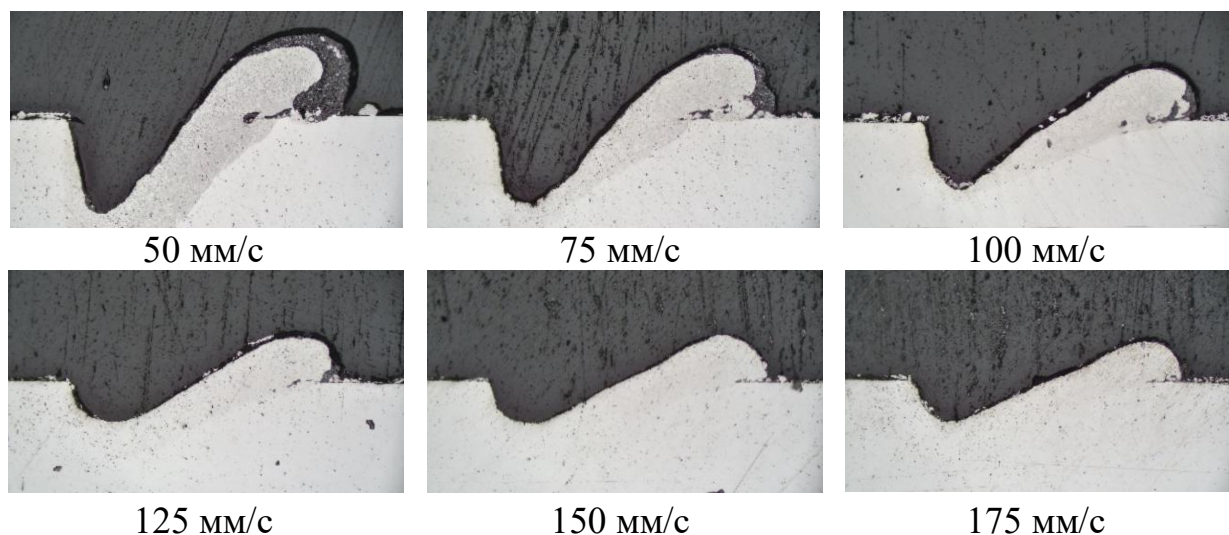


Рисунок 3.5 – Влияние скорости сканирования V на форму поперечного сечения выпуклого рельефа при фиксированных значениях P и F (увеличение $\times 50$)
[составлено автором]

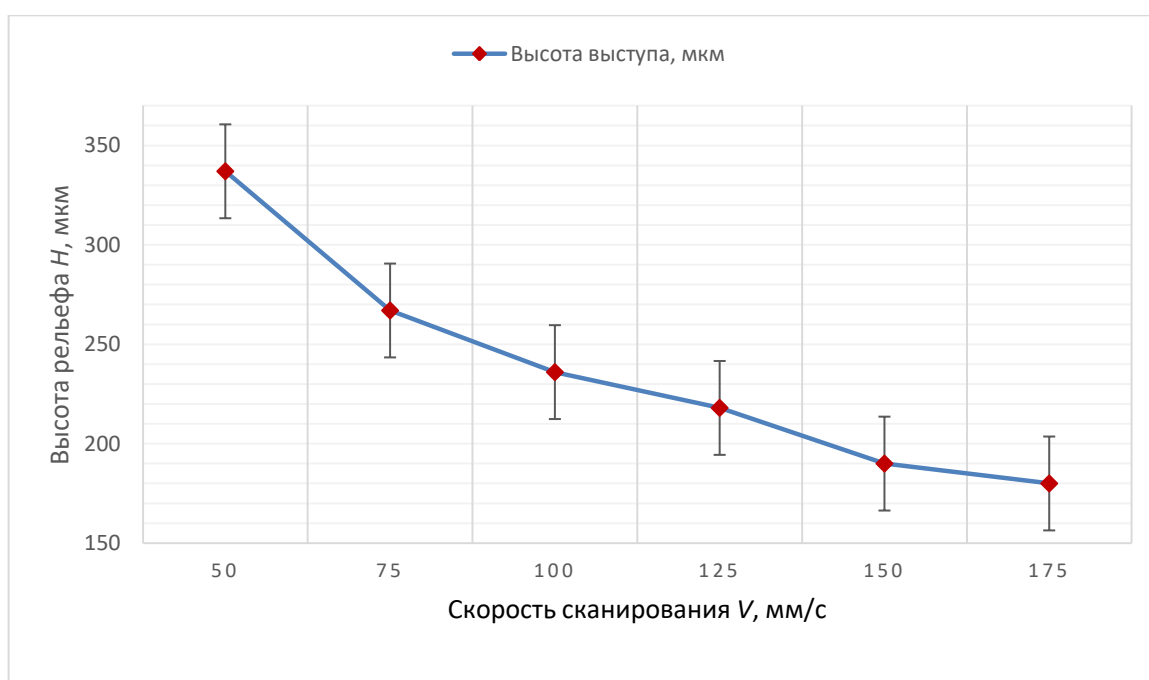


Рисунок 3.6 – Зависимость высоты выступа от скорости сканирования V при фиксированных значениях P и F [составлено автором]

Таким образом, в исследованном диапазоне в качестве рационального значения скорости для дальнейших исследований выбрана $V=100$ мм/с, при которой обеспечивается благоприятное сочетание достаточно высокой геометрии выпуклого рельефа и приемлемого качества.

Результаты первичного эксперимента показали, что при формировании плавного выпуклого рельефа определяющее значение имеют энергия одиночного импульса и степень перекрытия импульсов вдоль линии сканирования. Указанные параметры должны обеспечивать плавление материала без перехода к режимам, сопровождающимся интенсивным удалением материала и ростом дефектности поверхности.

Энергию одиночного импульса E определяли по формуле (3.1):

$$E = \frac{P}{F}, \quad (3.1)$$

где P – мощность лазерного излучения, Вт;

F – частота следования импульсов, Гц.

Шаг между центрами соседних импульсов вдоль траектории сканирования Δx рассчитывали по формуле (3.2):

$$\Delta x = \frac{V}{F}, \quad (3.2)$$

где V – скорость сканирования, мм/с;

F – частота следования импульсов, Гц.

Степень перекрытия импульсов вдоль траектории η определяли через диаметр лазерного пятна d по формуле (3.3):

$$\eta = \left(1 - \frac{\Delta x}{d}\right) \cdot 100\%, \quad (3.3)$$

где d – диаметр лазерного пятна, мкм.

Для дальнейших исследований в качестве базового режима были выбраны параметры, обеспечивающие устойчивое формирование плавного выпуклого рельефа: $P = 90$ Вт, $V = 100$ мм/с, $F = 400$ кГц при линейной траектории сканирования. При этих параметрах энергия одиночного импульса составляет $E = 0,225$ мДж, шаг между центрами соседних импульсов $\Delta x = 0,25$ мкм. При

диаметре пятна $d = 60$ мкм степень перекрытия импульсов вдоль траектории составляет $\eta \approx 99,58\%$.

Таким образом, выбранный режим характеризуется энергией одиночного импульса 0,225 мДж и высокой степенью перекрытия импульсов вдоль линии сканирования – 99,58%, что соответствует условиям устойчивого перераспределения расплава при формировании выпуклого рельефа.

После определения базовых параметров лазерного воздействия (P, V, F) дальнейшее регулирование размеров и профиля выпуклого рельефа целесообразно осуществлять за счёт изменения параметров траектории сканирования, не выводя процесс из области значений энергии импульса и степени перекрытия, обеспечивающих плавное формирование выпуклого рельефа с минимальной дефектностью поверхности.

В настоящей работе управляемое изменение геометрических параметров выпуклого рельефа осуществляли путём варьирования длины векторов сканирования L , расстояния между соседними векторами R и числа проходов N . Изменение указанных параметров позволяет целенаправленно регулировать высоту выпуклого рельефа, его ширину и ширину у основания в зависимости от предъявляемых требований. При этом сохранение необходимой плавности профиля и низкой дефектности обеспечивается тем, что базовые параметры лазерного воздействия (P, V, F) сохраняются в диапазоне, соответствующем установленным значениям энергии импульса и степени перекрытия.

Для количественной оценки влияния параметров траектории (L, R, N) на геометрические характеристики выпуклого рельефа и определения степени их воздействия на следующем этапе был проведён полный факторный эксперимент. Полученные результаты позволили установить математические зависимости и обосновать выбор параметров траектории для формирования выпуклого рельефа с требуемыми размерами и профилем.

3.1.2 Планирование эксперимента для оценки влияния параметров траектории сканирования лазерного луча на геометрию выпуклого рельефа

Для оценки влияния параметров траектории сканирования на геометрические характеристики формируемого выпуклого рельефа использовали метод полного факторного эксперимента типа 2^k , позволяющий исследовать как индивидуальное влияние факторов, так и их совместное действие. Поскольку число варьируемых факторов в настоящем исследовании равно трём, общее число опытов составило 8 [1].

В качестве исследуемых факторов были выбраны длина вектора сканирования L , расстояние между соседними векторами R и число проходов N . В качестве выходной величины рассматривали высоту выпуклого рельефа H , мкм, поскольку именно этот параметр наиболее полно характеризует эффективность перераспределения расплава и формирование выпуклого профиля.

После проведения опытов переходили к построению математической модели, описывающей зависимость выходной величины от исследуемых факторов. Такая модель представляется в виде уравнения регрессии. Для определения коэффициентов регрессии и последующей обработки результатов все исследуемые факторы приводили к единому масштабу путём кодирования. [1].

Центр плана определяли по формуле (3.4):

$$z_i^0 = \frac{z_i^+ + z_i^-}{2} \quad (3.4)$$

где z_i^+ – верхний уровень варьируемого фактора;

z_i^- – нижний уровень варьируемого фактора.

По формуле (3.5) определяли интервал варьирования:

$$\lambda_i = \frac{z_i^+ - z_i^-}{2} \quad (3.5)$$

После этого по формуле (3.6) определяется зависимость кодированных переменных от фактора в натуральной величине:

$$x_i = \frac{z_i - z_i^0}{\lambda_i}. \quad (3.6)$$

В таблице 3.2 приведены параметры, рассчитанные по формулам (3.4-3.6).

Таблица 3.2 – Результаты кодирования факторов [составлено автором]

Факторы	Верхний уровень, z_i^+	Нижний уровень, z_i^-	Центр, z_i^0	Интервал варьирования, λ_i	Зависимость кодированной переменной от натуральной, x_i
Длина вектора (линии) сканирования (L), мм;	1,0	0,5	0,75	0,25	$x_1 = \frac{L - 0,75}{0,25}$
Расстояние между соседними векторами (межлинейный шаг) (R), мкм;	20	10	15	5	$x_2 = \frac{R - 15}{5}$
Число проходов (циклов обработки) (N), ед.	3	1	2	1	$x_3 = \frac{N - 2}{1}$

При этом все кодированные переменные будут принимать значения от -1 до +1. Для получения коэффициентов уравнения регрессии необходимо записать матрицу планирования относительно новых переменных. В матрице планирования отражаются результаты опытов, а также средние выборочные значения для полученных результатов, если имеется серия опытов для каждого эксперимента. Средние выборочные значения для полученных результатов, вычисляются по формуле (3.7) [1]:

$$\bar{y}_j = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m y_{ij}, j = 1, n, \quad (3.7)$$

где j – номер эксперимента;

i – номер опыта;

m – количество опытов в серии;

n – количество экспериментов;

y – результат измерения выходной величины.

Для обеспечения требования ортогональности матрицы планирования, а также для упрощённого расчёта коэффициента b_0 уравнения регрессии вводится фиктивный параметр x_0 [1].

В таблице 3.3 приведена таблица планирования эксперимента с его результатами для дальнейшей математической обработки.

Таблица 3.3 – Таблица планирования эксперимента с результатами опытов [составлено автором]

№ эксп.	Изучаемые факторы				Взаимодействия				Результаты опытов			Среднее \bar{H}
	x_0	x_1	x_2	x_3	x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3	$x_1x_2x_3$	H_1	H_2	H_3	
1	+	+	+	+	+	+	+	+	552	550	548	550
2	+	-	+	+	-	-	+	-	415	409	412	412
3	+	+	-	+	-	+	-	-	599	590	600	596,33
4	+	-	-	+	+	-	-	+	462	450	455	456
5	+	+	+	-	+	-	-	-	155	148	150	151
6	+	-	+	-	-	+	-	+	18	19	18	18,33
7	+	+	-	-	-	-	+	+	202	202	200	201
8	+	-	-	-	+	+	+	-	65	68	59	64

На основании полученной матрицы планирования и результатов измерений высоты выпуклого рельефа далее рассчитывали коэффициенты уравнения регрессии [1]. Такой подход позволил оценить влияние не только отдельных факторов L , R и N , но и их взаимодействий на геометрические характеристики формируемого выпуклого рельефа.

3.1.3 Обработка результатов эксперимента и получение математической зависимости

В общем виде получаемое уравнение регрессии можно выразить формулой (3.8):

$$y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i < j} b_{i,j} x_i x_j, \quad (3.8)$$

где $b_0, b_i, b_{i,j}$ - коэффициенты регрессии [1].

Коэффициенты уравнения регрессии вычисляются при помощи метода наименьших квадратов [1].

Для расчёта коэффициента b_0 используется формула (3.9):

$$b_0 = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_0 \bar{y}_j. \quad (3.9)$$

Для расчётов коэффициентов, учитывающих конкретное воздействие одного фактора на выходную величину, используется формула (3.10):

$$b_i = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_{ji} \bar{y}_j. \quad (3.10)$$

Для расчётов коэффициентов, которые учитывают взаимодействие двух факторов и их взаимное влияние на выходной параметр, используется формула (3.11):

$$b_{r,p} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_{jr} x_{jp} \bar{y}_j, \quad (3.11)$$

где r, p – номера факторов.

Для расчёта коэффициента, который учитывает взаимодействие трёх факторов и их взаимное влияние на выходной параметр, используется формула (3.12):

$$b_{r,p,c} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n x_{jr} x_{jp} x_{jc} \bar{y}_j, \quad (3.12)$$

где c – номер фактора.

В таблице 3.4 приведены рассчитанные по формулам (3.6-3.9) значения коэффициентов регрессии.

Таблица 3.4 – Рассчитанные значения коэффициентов регрессии [составлено автором]

b_0	b_1	b_2	b_3	b_{12}	b_{13}	b_{23}	b_{123}
306,083	68,583	-23,250	197,417	-0,917	1,083	0,750	0,250

Далее полученные коэффициенты необходимо оценить на значимость. Для этого необходимо рассчитать ряд величин. По формуле (3.13) рассчитывается дисперсия воспроизводимости, которая характеризует ошибку всего эксперимента:

$$S_y^2 = \frac{1}{n \cdot (m - 1)} \sum_{j=1}^n \sum_{i=1}^m (y_{ji} - \bar{y}_j)^2. \quad (3.13)$$

Рассчитанная по формуле (3.13) величина дисперсии воспроизводимости составила $S_y^2 = 14,417$.

Также по формуле (3.14) вычисляется среднее квадратичное отклонение, которое далее будет использовано при оценке значимости коэффициентов уравнения:

$$S_{\text{кв}} = \sqrt{\frac{S_y^2}{m \cdot n}}. \quad (3.14)$$

Рассчитанная по формуле (3.14) величина среднего квадратичного отклонения составила $S_{\text{кв}} = 0,775$.

После этого проводился расчет степеней свободы по формуле (3.15):

$$k = n \cdot (m - 1). \quad (3.15)$$

Рассчитанное по формуле (3.15) число степеней свободы составило $k = 16$.

После этого необходимо найти $t_{\text{кр}}$ в таблице распределения Стьюдента с заданным уровнем доверительной вероятности по числу степеней свободы. По числу степеней свободы с заданным уровнем значимости $\alpha = 0,05$ по таблице распределения Стьюдента $t_{\text{кр}} = 2,12$. Если соблюдается условие (3.16), то коэффициент значим:

$$|b| > t_{\text{кр}} \cdot S_{\text{кв}}. \quad (3.16)$$

В противном случае данный коэффициент можно не учитывать в полученном уравнении регрессии.

В случае проверки значимости коэффициентов можно сделать вывод, что коэффициент b_{12} не является значимым и его можно не учитывать при

составлении уравнения регрессии. Таким образом, в закодированном виде уравнении регрессии примет вид (3.17):

$$H = 306,083 + 68,583x_1 - 23,250x_2 + 197,417x_3. \quad (3.17)$$

После составления уравнения необходимо оценить его на адекватность. Это выполняется при помощи критерия Фишера. Если расчётное значение критерия Фишера меньше табличного значения данного критерия, то считается, что уравнение адекватно описывает зависимость между факторами и выходной величиной.

Для определения адекватности уравнения по критерию Фишера необходимо выполнить некоторые расчёты. Сначала по формуле (3.18) рассчитывается остаточная дисперсия:

$$S_{\text{ост}}^2 = \frac{m}{n-r} \sum_{j=1}^n (\tilde{y}_j - \bar{y}_j), \quad (3.18)$$

где r - число значимых коэффициентов в уравнении регрессии (при этом в качестве значимых коэффициентов не учитывается коэффициент b_0);

\tilde{y}_j - значение изучаемого параметра, вычисленное по уравнению регрессии со значимыми коэффициентами для j -го эксперимента.

Рассчитанная по формуле (3.18) величина остаточной дисперсии составила $S_{\text{ост}}^2 = 4,033$.

Далее по формуле (3.19) определяется расчётное значение критерия Фишера:

$$F_{\text{расч}} = \frac{S_{\text{ост}}^2}{S_y^2}. \quad (3.19)$$

Рассчитанное по формуле (3.19) значение критерия Фишера составило $F_{\text{расч}} = 0,879$.

Далее по формулам (3.20) и (3.21) необходимо рассчитать число степеней свободы:

$$k_1 = n - r, \quad (3.20)$$

$$k_2 = n \cdot (m - 1). \quad (3.21)$$

Рассчитанные по формулам (3.20) и (3.21) значения степеней свободы составили соответственно $k_1 = 5$ и $k_2 = 16$.

После этого необходимо найти $F_{\text{табл}}$ в таблице распределения критических точек Фишера с заданным уровнем доверительной вероятности по числу степеней свободы. По числу степеней свободы с заданным уровнем значимости $\alpha = 0,05$ по таблице распределения Фишера $F_{\text{табл}} = 2,85$. Так как расчётное значение критерия Фишера меньше табличного, то можно считать, что полученное уравнение регрессии адекватно описывает полученную модель взаимосвязи выходного параметра и влияющих на него факторов [1].

По результатам полного факторного эксперимента 2^3 получено уравнение регрессии высоты выпуклого рельефа H в кодированных переменных. Проверка значимости коэффициентов по критерию Стьюдента при $\alpha = 0,05$ и $f_2 = 16$ показала, что статистически значимыми являются только коэффициенты при основных факторах x_1, x_2, x_3 , тогда как коэффициенты взаимодействий x_1x_2, x_1x_3, x_2x_3 и $x_1x_2x_3$ незначимы и исключаются из модели. В результате получено сокращённое уравнение (3.22):

$$H = 306,083 + 68,583x_1 - 23,250x_2 + 197,417x_3. \quad (3.22)$$

Сравнение величин коэффициентов показывает, что в исследуемой области факторов наибольшее влияние на высоту выпуклого рельефа оказывает число проходов N (коэффициент при x_3 максимален по модулю), далее следует длина вектора сканирования L (коэффициент при x_1), и наименьшее влияние оказывает межвекторный шаг R (коэффициент при x_2). Знак коэффициентов указывает направление влияния: увеличение N и L приводит к росту H , тогда как увеличение R вызывает снижение H . В декодированном виде уравнение регрессии примет следующий вид, выражающийся соотношением (3.23):

$$H = 274,33L - 4,65R + 197,42N - 224,75. \quad (3.23)$$

где H – мкм, L – мм, R – мкм, N – число проходов.

Адекватность сокращённого уравнения регрессии подтверждена по критерию Фишера: при $\alpha = 0,05$, $f_1 = 5$, $f_2 = 16$ получено $F_{\text{расч}} = 0,879$, что меньше табличного значения $F_{\text{табл}} \approx 2,85$. Следовательно, в пределах выбранных

диапазонов $L = 0,5\text{--}1,0$ мм, $R = 10\text{--}20$ мкм и $N = 1\text{--}3$ модель считается адекватной и может быть использована для прогнозирования высоты выпуклого рельефа и выбора параметров траектории с учётом требуемых геометрических характеристик [1].

На основании проведённых опытов по определению высоты выпуклого рельефа и раскодированного уравнения регрессии получены зависимости высоты выпуклого рельефа от длины вектора сканирования, расстояния между векторами и количества циклов обработки. На рисунке 3.7 представлены полученные при соответствующей статистической обработке зависимости.

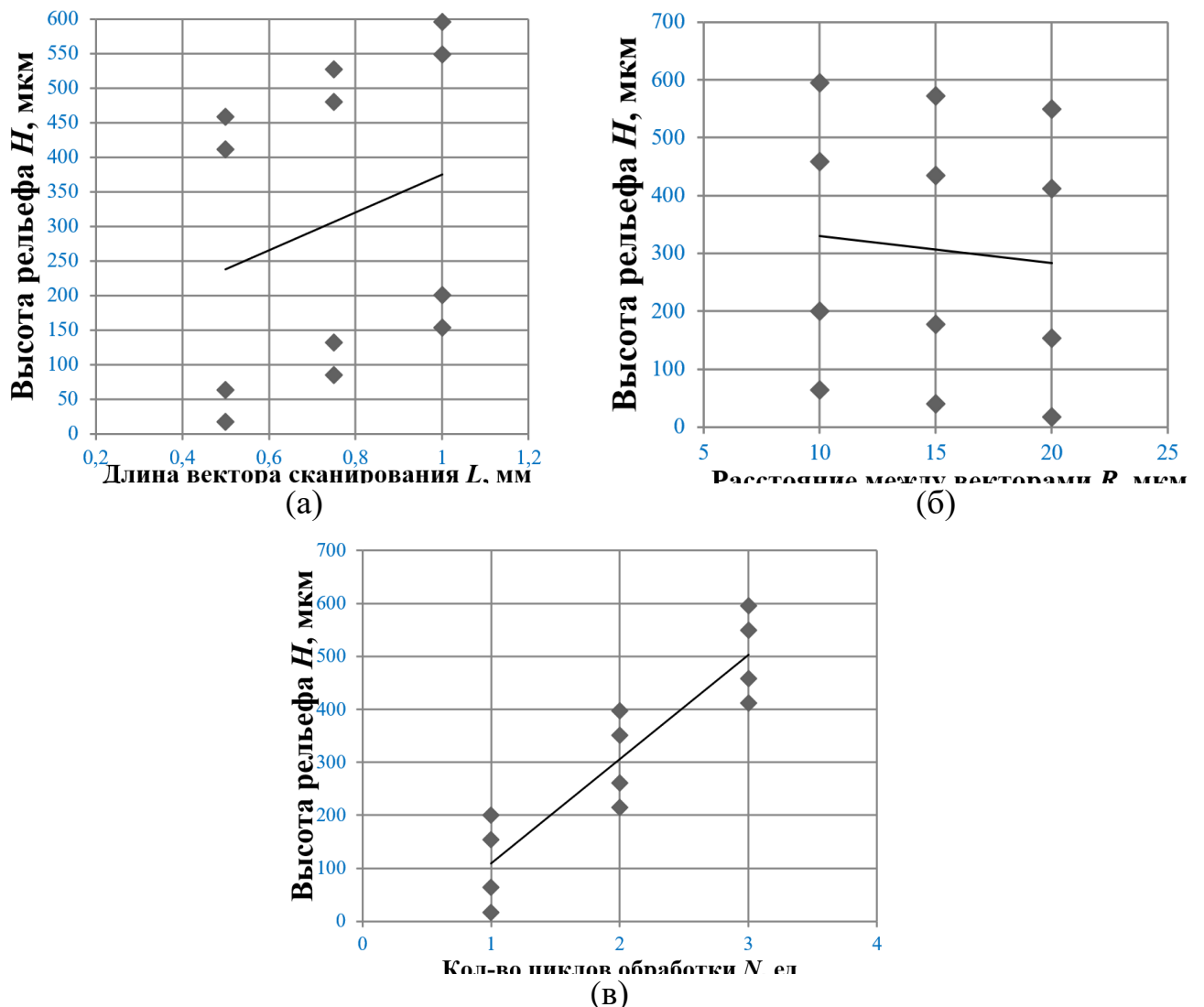


Рисунок 3.7 – Зависимость высоты выпуклого рельефа от: длины вектора сканирования (L) (а), расстояния между векторами (R) (б), количества циклов обработки (N) (в) [составлено автором]

Из полученной графической зависимости высоты выпуклого рельефа от длины вектора сканирования L (рисунок 3.7, а) следует, что с увеличением длины вектора наблюдается рост высоты формируемого выпуклого рельефа. Это можно связать с увеличением протяжённости зоны лазерного воздействия и, как следствие, с более выраженным перераспределением расплава в направлении формирования выступа.

Анализ зависимости высоты выпуклого рельефа от расстояния между векторами R (рисунок 3.7, б) показывает, что при увеличении расстояния между соседними линиями обработки высота выпуклого рельефа в целом снижается. Данная тенденция обусловлена уменьшением степени перекрытия зон лазерного воздействия и снижением суммарного объёма расплава, вовлекаемого в формирование выпуклого рельефа.

Из графика зависимости высоты выпуклого рельефа от количества циклов обработки N (рисунок 3.7, в) видно, что увеличение числа циклов приводит к наиболее выраженному росту высоты выпуклого рельефа. Это связано с последовательным накоплением и перераспределением расплава в зоне обработки при повторных проходах лазерного луча.

На основании полученного уравнения регрессии были также построены зависимости, отражающие совместное влияние исследуемых факторов на высоту выпуклого рельефа (рисунок 3.8). Построения выполнены для парных сочетаний факторов с фиксацией третьего параметра на среднем уровне.

Зависимость высоты выпуклого рельефа от совместного влияния количества циклов обработки N и расстояния между векторами R представлена на рисунке 3.8, а. Из рисунка видно, что максимальные значения высоты выпуклого рельефа достигаются при максимальном числе циклов и минимальном расстоянии между векторами. В этом случае обеспечиваются наиболее высокая степень перекрытия зон воздействия и наиболее интенсивное перераспределение расплава.

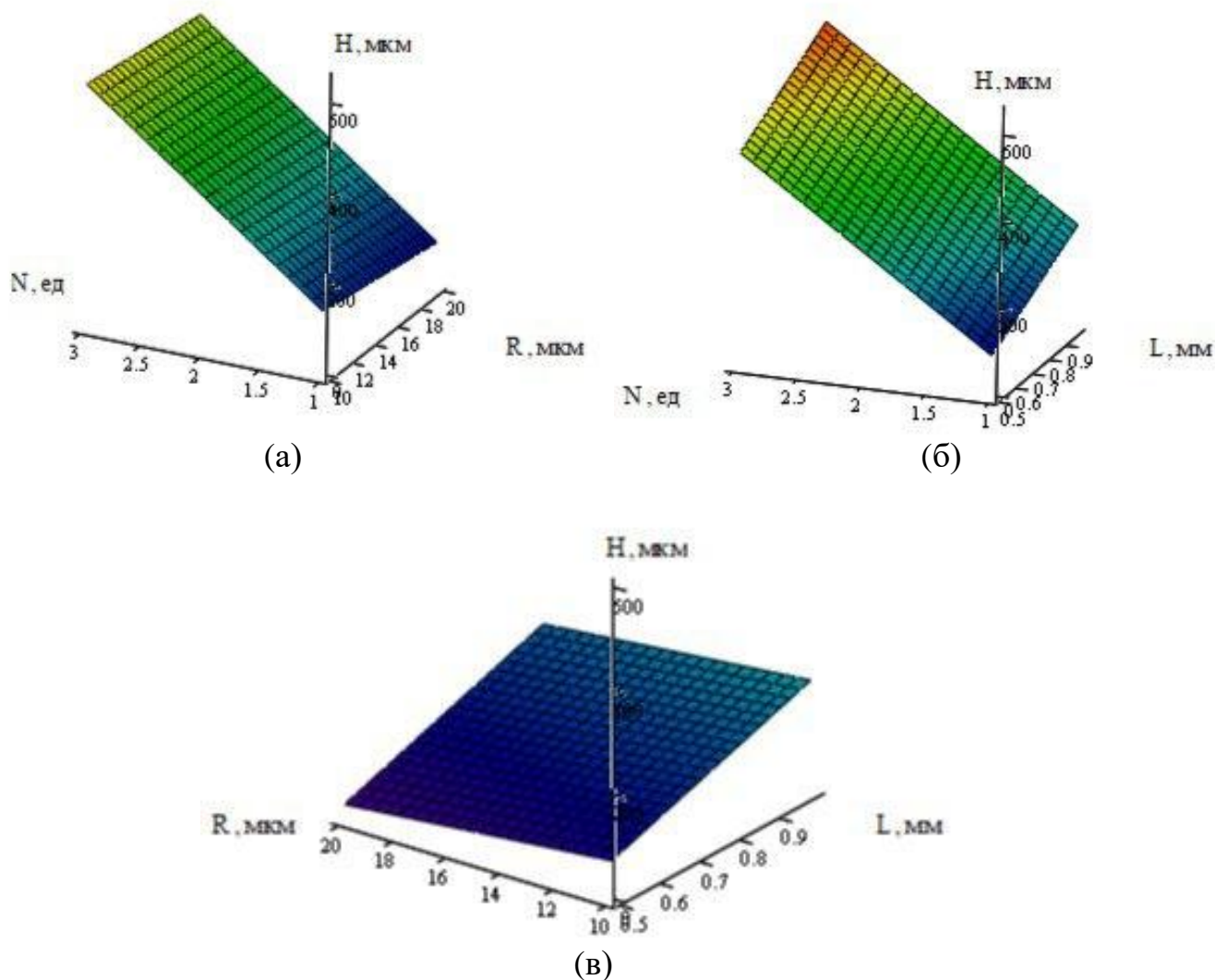


Рисунок 3.8 – Зависимость высоты выпуклого рельефа от: количества циклов обработки (N) и расстояния между векторами (R) (а), количества циклов обработки (N) и длина вектора сканирования (L) (б), расстояния между векторами (R) и длина вектора сканирования (L) (в) [составлено автором]

Зависимость высоты выпуклого рельефа от совместного влияния количества циклов обработки N и длины вектора сканирования L приведена на рисунке 3.8, б. Установлено, что увеличение обоих параметров способствует росту высоты выпуклого рельефа, однако наиболее существенное влияние оказывает именно число циклов обработки. Это свидетельствует о том, что многократное повторное воздействие играет определяющую роль в наращивании высоты выпуклого рельефа.

Зависимость высоты выпуклого рельефа от совместного влияния расстояния между векторами R и длины вектора сканирования L представлена на

рисунке 3.8, в. Из рисунка следует, что уменьшение расстояния между векторами способствует увеличению высоты выпуклого рельефа, тогда как влияние длины вектора в рассматриваемом диапазоне выражено слабее. Следовательно, при фиксированном числе циклов одним из ключевых параметров, определяющих высоту формируемого выпуклого рельефа, является именно расстояние между линиями обработки.

3.2 Возможность применения разработанных режимов лазерной обработки при сварке тонкостенных изделий

Рассмотрена возможность применения разработанных режимов импульсной лазерной обработки не только для формирования выпуклой рельефной маркировки, но и для сварки тонкостенных изделий из стали 12Х18Н10Т. Такой подход представляет практический интерес, поскольку позволяет использовать единые физико-технологические принципы управления тепловложением и перераспределением расплава как при формировании рельефа, так и при сварке и последующей обработке прилегающей зоны.

В отличие от схемы, применяемой при формировании выпуклой маркировки, где обработка осуществляется системой отдельных параллельных векторов, при сварке тонкостенных изделий использована непрерывная меандровая траектория сканирования (рисунок 3.9).

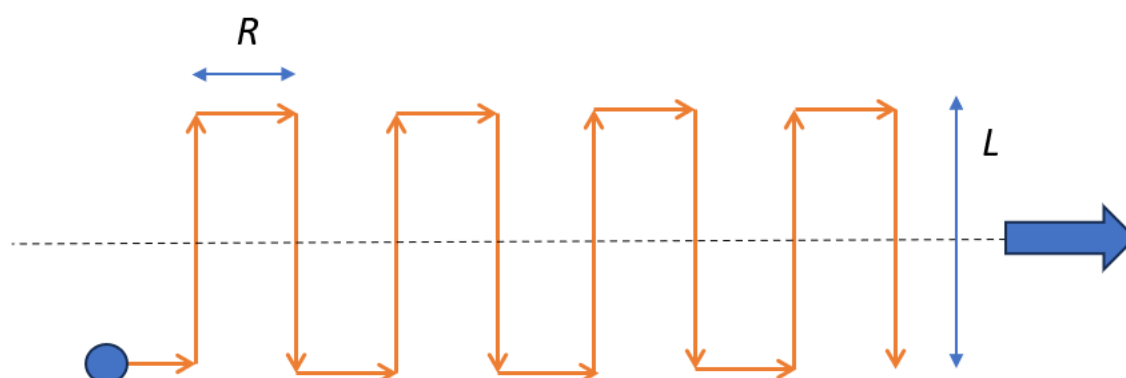


Рисунок 3.9 – Схема формирования сварного шва при движении лазерного луча по непрерывной меандровой траектории [составлено автором]

При такой схеме лазерный луч последовательно проходит по прямолинейному участку длиной L , затем выполняет поперечное смещение на расстояние R и перемещается по следующему параллельному участку в противоположном направлении. Такая последовательность обеспечивает непрерывный ход луча без разрыва траектории и возврата в исходную точку после каждого вектора. Применение непрерывной меандровой траектории сканирования обусловлено необходимостью более равномерного распределения тепловложения вдоль линии обработки. При использовании отдельных векторов в конечных точках проходов возможно локальное накопление тепла, сопровождающееся неравномерностью переплава, повышенным окислением поверхности и ухудшением качества сварного шва. Непрерывная траектория позволяет уменьшить влияние локальных перегревов, обеспечить более стабильное движение ванны расплава и создать более однородные условия формирования поверхности шва и зоны термического влияния. При обработке зоны сварного соединения использовали режимы, соответствующие области устойчивого плавления без перехода к интенсивной абляции, что обеспечивает перераспределение расплава и сглаживание поверхности при ограниченном удалении материала [21;134]. Основные параметры лазерной обработки, использованные при сварке тонкостенных изделий из стали 12X18H10T, приведены в таблице 3.5.

Таблица 3.5 – Режимы лазерной обработки при сварке тонкостенных изделий из стали 12X18H10T [составлено автором]

Вид обработки	Мощность P , Вт	Частота F , кГц	Скорость V , мм/с	N , кол-во проходов	Траектория сканирования
Обработка зоны сварного соединения	90	400	100	1	непрерывная меандровая
Финишное лазерное полирование	20	100	2500	4	линейная по области шва

Следует отметить, что изменение технологического результата в данном случае достигается не за счёт принципиального изменения энергетических параметров воздействия, а за счёт модификации кинематики луча. Если при формировании маркировки основной задачей являлось получение локального выпуклого рельефа, то при обработке сварного соединения тот же уровень тепловложения обеспечивает формирование более равномерной поверхности шва, снижение выраженности поверхностных неровностей и стабилизацию состояния поверхностного слоя.

После основной лазерной обработки выполняли финишную обработку поверхности шва в режиме лазерного полирования. Назначением данного этапа являлось дополнительное сглаживание микрорельефа, уменьшение шероховатости поверхности и снижение выраженности оксидной фазы в области шва и зоны термического влияния. В отличие от основного этапа обработки, формирующего сварной шов, финишное полирование ориентировано на выравнивание поверхностного слоя без изменения геометрии шва [21].

Проведение финишной лазерной обработки позволило заметно улучшить качество поверхности шва и прилегающей зоны. После полирования поверхность становилась более однородной, снижалась выраженность локальных неровностей и оксидных образований. Для тонкостенных изделий это имеет особое значение, поскольку избыточная шероховатость, наличие оксидных включений и поверхностных дефектов в зоне шва могут отрицательно влиять как на эксплуатационные характеристики изделия, так и на его коррозионное поведение [21]. С технологической точки зрения финишное лазерное полирование следует рассматривать как заключительный этап обработки сварного соединения. Его применение не только улучшает внешний вид шва, но и способствует формированию более однородного поверхностного слоя. Снижение количества поверхностной оксидной фазы и сглаживание микрорельефа могут способствовать улучшению пассивного состояния поверхности, что особенно важно для аустенитной коррозионностойкой стали 12X18H10T, применяемой в изделиях нефтегазового и криогенного назначения.

Таким образом, показана возможность применения разработанных режимов лазерной обработки при сварке тонкостенных изделий из стали 12Х18Н10Т. Установлено, что использование непрерывной меандровой траектории сканирования позволяет адаптировать разработанный подход к задаче сварки тонкостенных изделий. Дополнительное применение финишного лазерного полирования способствует повышению качества поверхности шва и зоны термического влияния, уменьшению выраженности оксидной фазы и формированию более однородного поверхностного слоя. Полученные результаты расширяют область практического применения разработанного подхода и подтверждают перспективность его использования не только для маркировки, но и для сопутствующих операций при изготовлении тонкостенных изделий.

3.3 Выводы по главе 3

На основании результатов, представленных в главе 3 установлено, что формирование выпуклого рельефа на поверхности стали 12Х18Н10Т возможно за счёт направленного перераспределения расплава при лазерной обработке по линейной траектории сканирования. Показано, что устойчивость процесса и качество формируемого выпуклого рельефа определяются сочетанием параметров лазерного излучения, обеспечивающих плавление материала без перехода к режимам с интенсивным удалением вещества и ростом дефектности поверхности.

Экспериментально установлено, что при варьировании мощности излучения, частоты следования импульсов и скорости сканирования наиболее рациональным режимом является сочетание $P = 90$ Вт, $V = 100$ мм/с и $F = 400$ кГц. Для выбранного базового режима характерны энергия одиночного импульса 0,225 мДж и высокая степень перекрытия импульсов вдоль линии сканирования – 99,58 %, что соответствует условиям устойчивого перераспределения расплава и формирования плавного выпуклого рельефа с минимальным количеством дефектов.

Показано, что управление геометрическими параметрами выпуклого рельефа целесообразно осуществлять за счёт изменения параметров траектории

сканирования. По результатам полного факторного эксперимента получена математическая зависимость высоты выпуклого рельефа от длины вектора сканирования, расстояния между соседними векторами и числа циклов обработки. Установлено, что наибольшее влияние на высоту выпуклого рельефа оказывает число циклов обработки и длина вектора сканирования, а наименьшее влияние – расстояние между соседними векторами. Увеличение длины вектора и числа проходов приводит к росту высоты выпуклого рельефа, тогда как увеличение межвекторного шага сопровождается её снижением.

Получены графические зависимости, отражающие влияние каждого из исследуемых факторов и их совместного действия на высоту выпуклого рельефа. Установлено, что максимальные значения высоты выпуклого рельефа достигаются при сочетании максимального числа проходов, минимального расстояния между соседними векторами и увеличенной длины вектора сканирования. Это связано с интенсификацией перераспределения расплава и последовательным наращиванием материала в зоне формирования выступа.

Показана также возможность применения разработанных режимов лазерной обработки при сварке тонкостенных изделий из стали 12Х18Н10Т. Установлено, что использование непрерывной меандровой траектории сканирования позволяет адаптировать разработанный подход к задаче сварки тонкостенных изделий. Дополнительное применение финишного лазерного полирования способствует повышению качества поверхности шва и зоны термического влияния, уменьшению выраженности оксидной фазы и формированию более однородного поверхностного слоя.

Таким образом, в главе 3 обоснованы базовые режимы лазерного воздействия и параметры траектории сканирования, обеспечивающие устойчивое формирование выпуклого рельефа на поверхности стали 12Х18Н10Т, а также показана возможность их адаптации к сварке тонкостенных изделий. Полученные результаты создают основу для последующей оценки микроструктуры, фазового состава и эксплуатационных свойств сформированного рельефа и обработанных сварных зон.

ГЛАВА 4 ВЛИЯНИЕ ЛАЗЕРНОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И СВОЙСТВА В ЗОНЕ СФОРМИРОВАННОГО ВЫПУКЛОГО РЕЛЬЕФА

4.1 Исследование элементного состава в зоне сформированного выпуклого рельефа

4.1.1 Элементный состав выпуклого рельефа, сформированного за один цикл обработки

Результаты СЭМ–EDS-анализа поперечного сечения сформированного выпуклого рельефа за один цикл обработки, включая СЭМ-изображение исследуемой области с точками локального анализа и многослойное изображение с картой распределения элементов представлены на рисунках 4.1 и 4.2. Как видно из рисунка 4.1, исследуемая область является химически неоднородной. В зоне выпуклого рельефа наряду с участками, соответствующими металлической основе, наблюдаются локальные области, отличающиеся по интенсивности сигнала отдельных элементов, что указывает на наличие химически неоднородных поверхностных участков, сформировавшихся в процессе лазерной обработки [9;10;75].

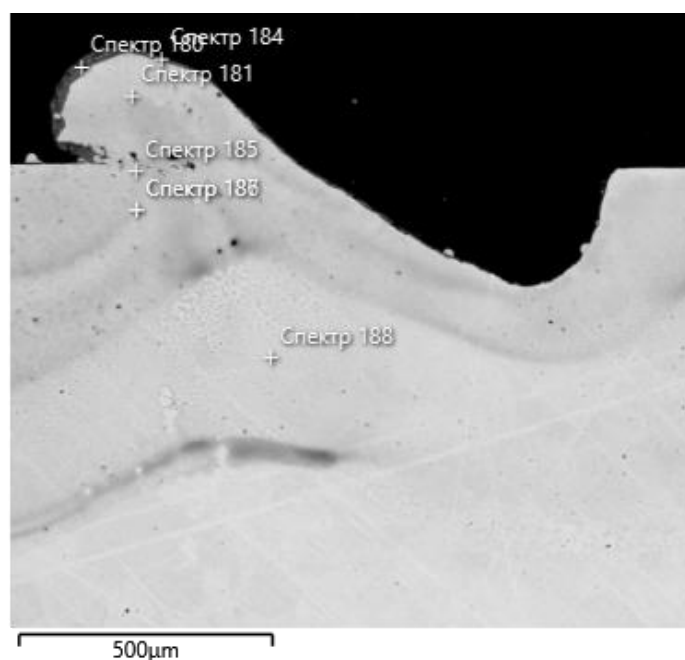


Рисунок 4.1 – СЭМ-изображение исследуемой области с точками локального анализа [составлено автором]

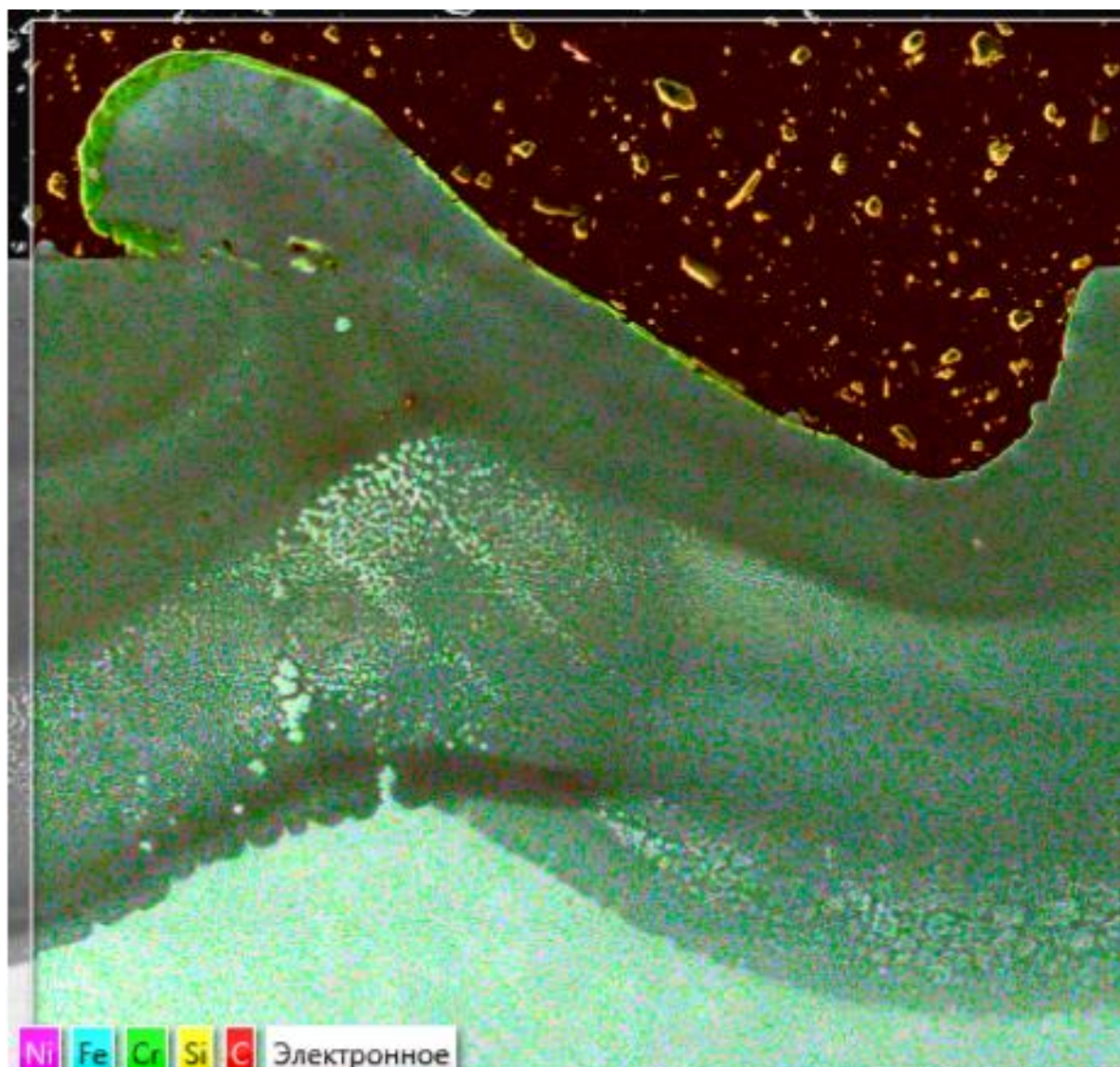


Рисунок 4.2 – Результаты СЭМ–EDS-анализа сформированного выпуклого рельефа в поперечном сечении: многослойное изображение с картой распределения элементов [составлено автором]

Более детально распределение отдельных элементов в поперечном сечении сформированного выпуклого рельефа показано на рисунке 4.3. Анализ карт распределения свидетельствует о том, что основными элементами металлической основы являются железо, хром и никель, распределение которых в объёме выпуклого рельефа в целом соответствует составу исследуемой аустенитной стали 12X18Н10Т. Вместе с тем в отдельных локальных участках фиксируется повышенное содержание кислорода, что указывает на наличие оксидной составляющей на поверхности или в приповерхностных участках сформированного выпуклого рельефа. Повышенное содержание хрома в этих же

областях позволяет предположить, что оксидные участки являются хромсодержащими.

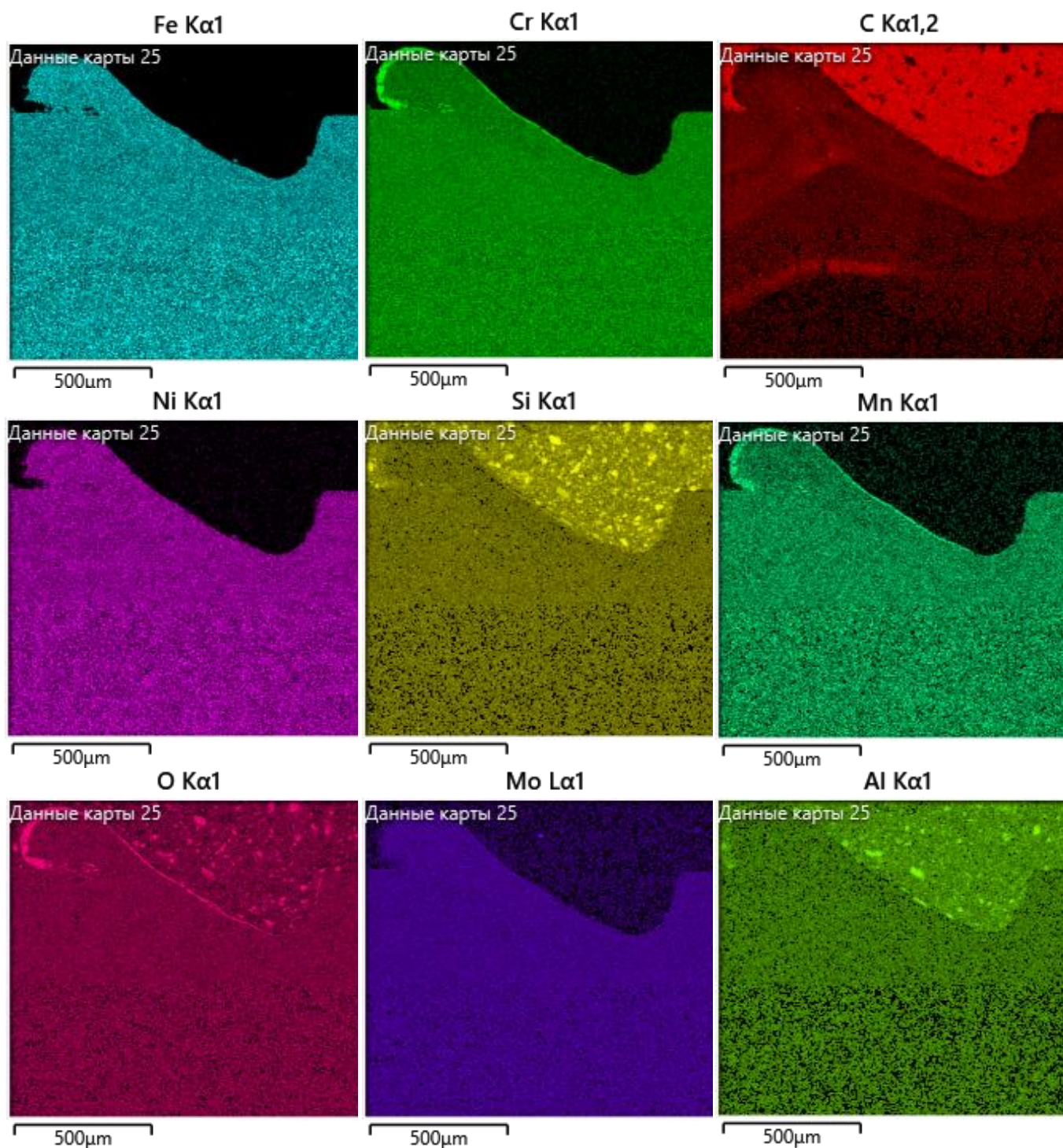


Рисунок 4.3 – Карты распределения элементов в поперечном сечении сформированного выпуклого рельефа по данным СЭМ–EDS-анализа [составлено автором]

Количественные результаты локального EDS-анализа характерных участков поперечного сечения выпуклого рельефа приведены в таблице 4.1. Как видно из таблицы 4.1, в большинстве исследованных точек основными элементами

являются Fe, Cr и Ni, что соответствует металлической основе коррозионностойкой аустенитной стали 12X18H10T. В локальных участках, соответствующих металлической матрице, содержание железа составляет 63,10–67,85 мас. %, хрома – 14,24–19,72 мас. %, никеля – 12,47–14,25 мас. %. Кроме того, в этих точках фиксируются небольшие количества марганца, кремния и молибдена. Такое соотношение элементов свидетельствует о том, что в объёме выпуклого рельефа существенного перераспределения основных легирующих элементов не происходит, а химический состав большинства зон остаётся близким к составу исходного материала.

Таблица 4.1 – Элементный состав характерных участков поперечного сечения выпуклого рельефа по данным EDS-анализа, мас. % [составлено автором]

Спектр	O	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo	Примечание
180	30,24	1,10	57,40	3,23	7,50	–	–	локальный участок, обогащённый кислородом и хромом
181	–	0,10	14,24	–	67,85	14,25	3,57	металлическая основа
185	–	0,14	15,47	0,37	66,56	14,14	3,32	металлическая основа
186	–	0,44	19,72	1,05	63,38	12,47	2,95	металлическая основа
187	–	0,43	19,39	1,12	63,61	12,52	2,93	металлическая основа
188	–	0,43	18,94	1,13	63,10	13,56	2,84	металлическая основа
Суммарный спектр карты	6,49	6,09	16,54	0,91	53,64	10,94	2,41	усреднённый состав исследуемой области

Примечание: «–» – элемент не зафиксирован либо его содержание в спектре не приведено.

Особый интерес представляет спектр 180, для которого характерно повышенное содержание кислорода – 30,24 мас. % и хрома – 57,40 мас. % при одновременно низком содержании железа – 7,50 мас. %. Кроме того, в данной зоне присутствуют марганец, кремний и следовые количества алюминия и ванадия. Такое соотношение элементов характерно для локального оксидного участка, обогащённого хромом. Следовательно, после многопроходной лазерной обработки в поперечном сечении выпуклого рельефа сохраняются химически неоднородные области оксидного происхождения.

Суммарный EDS-спектр элементной карты поперечного сечения сформированного выпуклого рельефа приведён на рисунке 4.4. Анализ суммарного спектра показывает, что исследуемая область в среднем содержит 53,64 мас. % Fe, 16,54 мас. % Cr, 10,94 мас. % Ni и 6,49 мас. % O. Кроме того, в суммарном спектре регистрируются Si, Mn, Mo, а также небольшие количества Mg, Al, K, Ca и W. Наличие кислорода в суммарном спектре подтверждает, что поперечное сечение сформированного выпуклого рельефа в целом включает не только металлическую основу, но и локальные оксидные участки. При этом преобладающими элементами по-прежнему остаются железо, хром и никель, что указывает на сохранение металлической основы выпуклого рельефа как основной составляющей исследуемой области.

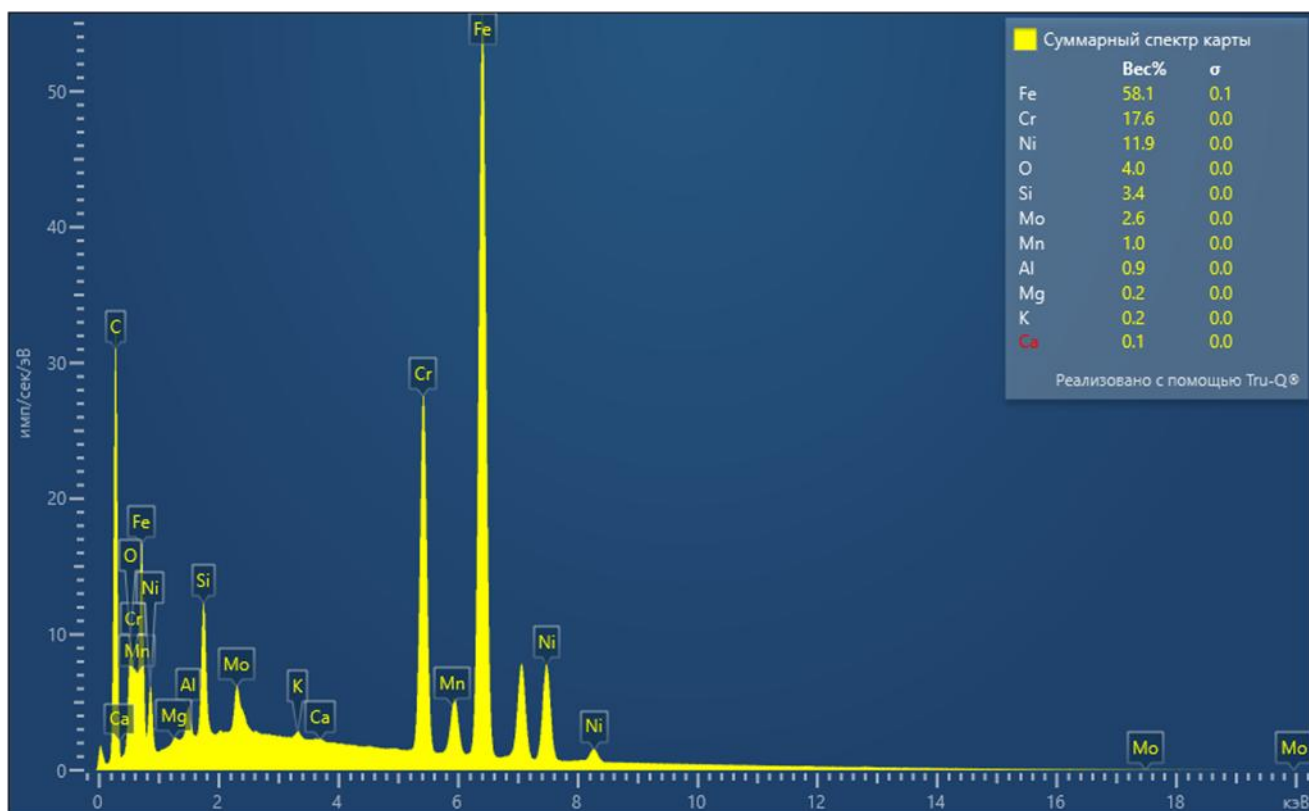


Рисунок 4.4 – Суммарный EDS-спектр элементной карты поперечного сечения сформированного рельефа [составлено автором]

Таким образом, результаты СЭМ–EDS-анализа показывают, что в поперечном сечении сформированного выпуклого рельефа можно выделить две характерные составляющие: металлическую основу, состав которой в целом соответствует стали 12X18H10T, и локальные участки, обогащённые кислородом

и хромом. Это позволяет сделать вывод о формировании в зоне лазерного воздействия оксидной фазы, локализованной преимущественно на поверхности выпуклого рельефа.

4.1.2 Элементный состав выпуклого рельефа после двух циклов обработки

Результаты СЭМ–EDS-анализа поперечного сечения выпуклого рельефа, сформированного за два цикла лазерной обработки, представлены на рисунках 4.5 и 4.6. Как видно из рисунков 4.5 и 4.6, после повторного лазерного воздействия исследуемая область также сохраняет химическую неоднородность: наряду с металлической основой в зоне выпуклого рельефа присутствуют локальные участки, отличающиеся по распределению элементов, что свидетельствует о сохранении оксидной составляющей на поверхности и в приповерхностной области выпуклого рельефа.

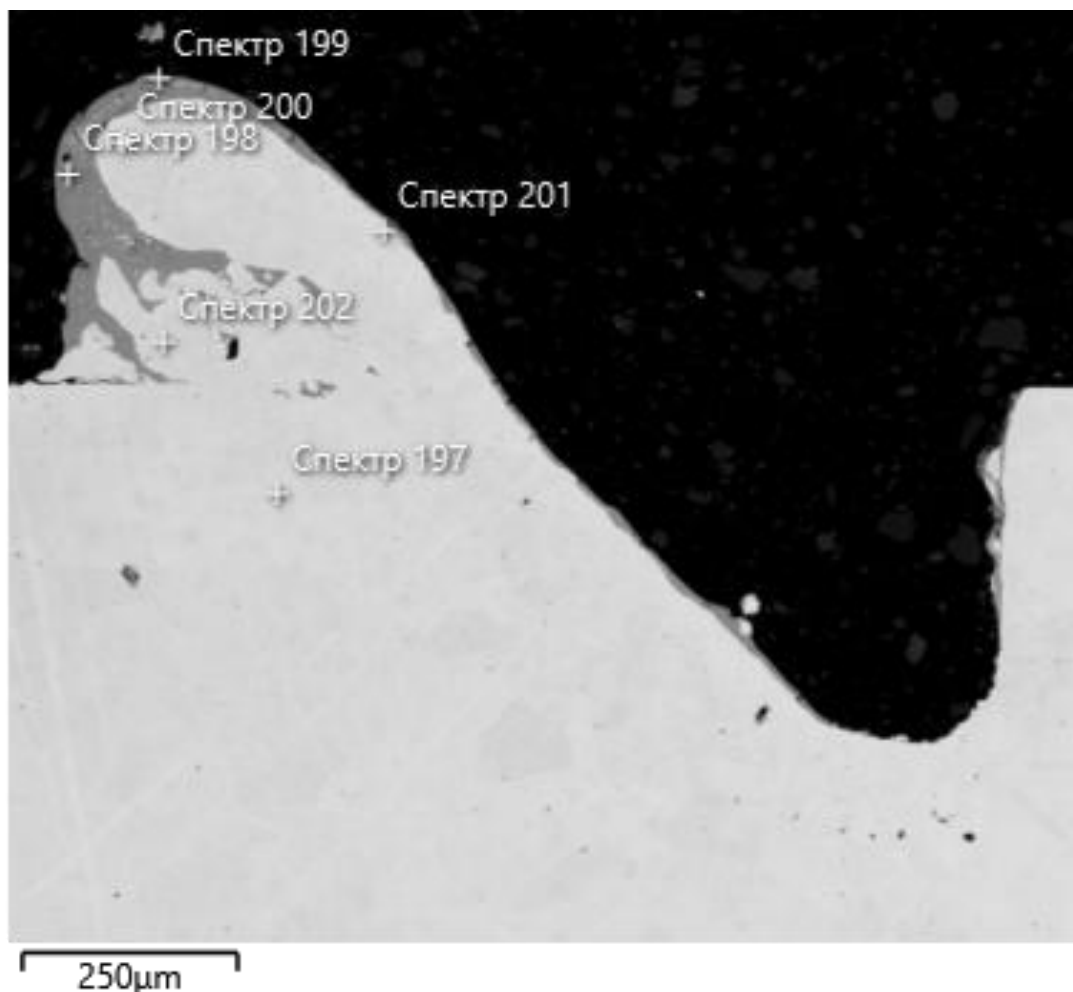


Рисунок 4.5 – СЭМ-изображение исследуемой области с точками локального анализа [составлено автором]

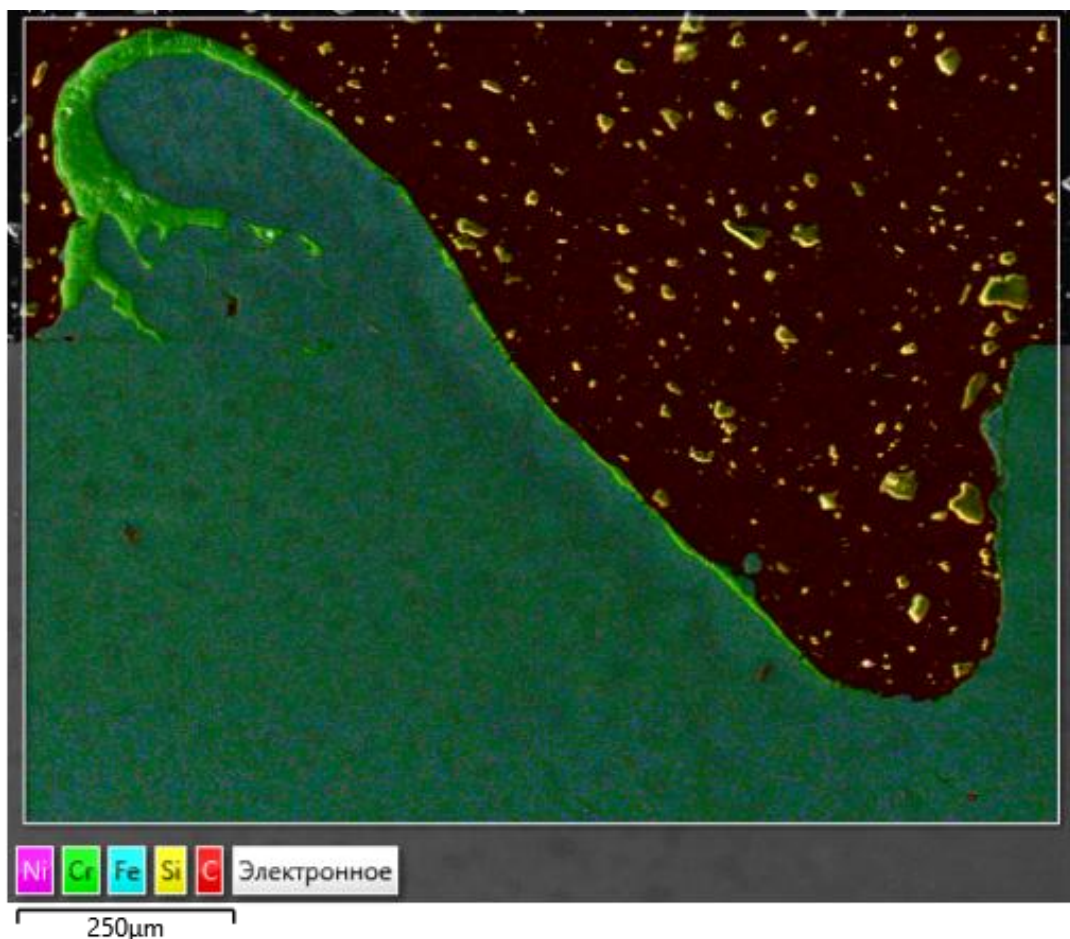


Рисунок 4.6 – Результаты СЭМ–EDS-анализа сформированного выпуклого рельефа в поперечном сечении после двух циклов обработки: многослойное изображение с картой распределения элементов [составлено автором]

Более детально распределение отдельных элементов в поперечном сечении сформированного выпуклого рельефа после двух циклов обработки показано на рисунке 4.7. Анализ карт распределения свидетельствует о том, что основными элементами металлической основы, как и в случае одного цикла обработки, являются железо, хром и никель, распределение которых в объеме выпуклого рельефа в целом соответствует составу исследуемой аустенитной стали. Вместе с тем в отдельных локальных участках фиксируется повышенное содержание кислорода, что указывает на наличие оксидной составляющей на поверхности или в приповерхностных участках сформированного выпуклого рельефа. Повышенное содержание хрома в этих же зонах позволяет предположить, что оксидные участки являются хромсодержащими.

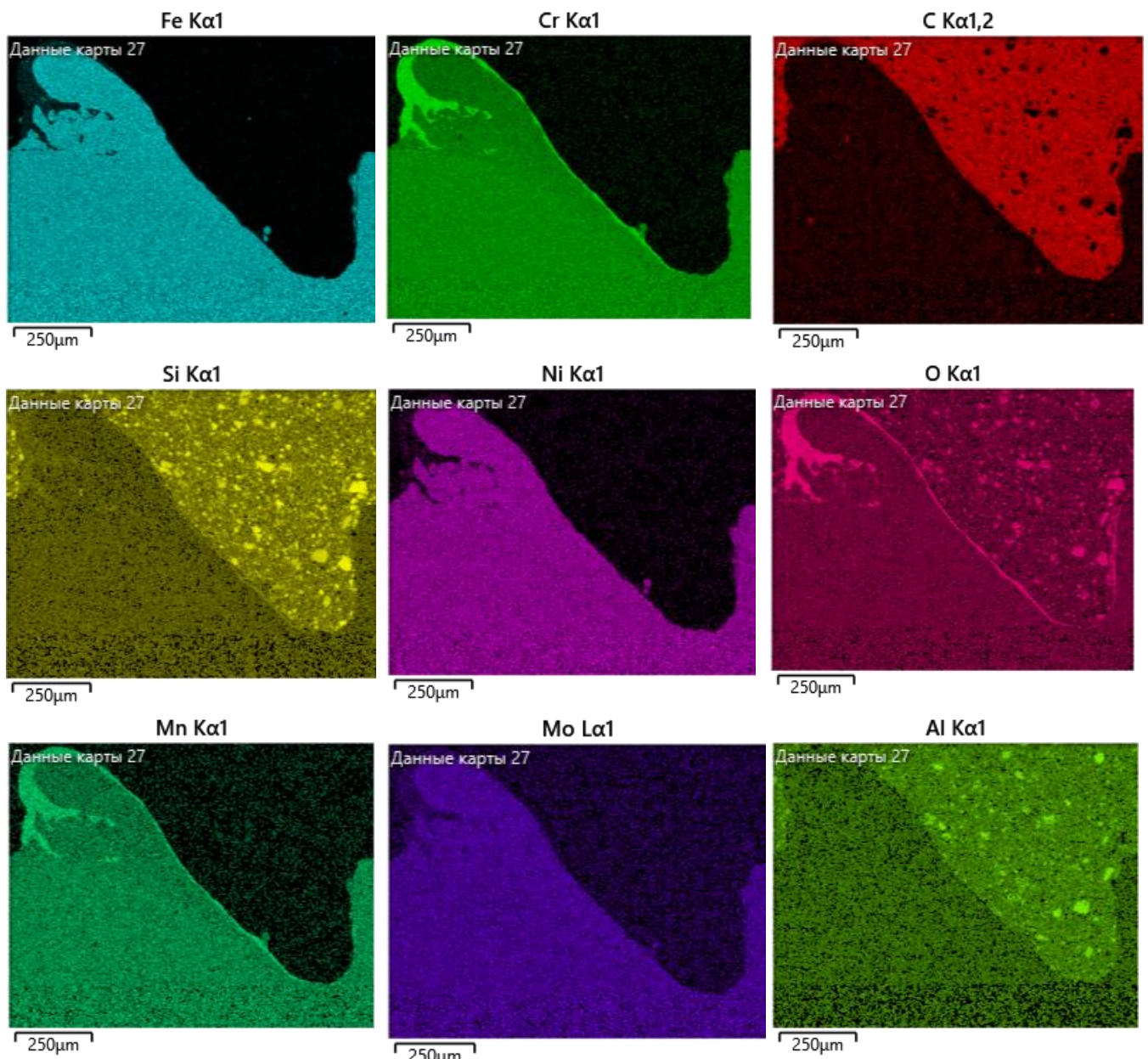


Рисунок 4.7 – Карты распределения отдельных элементов в поперечном сечении сформированного выпуклого рельефа после двух циклов обработки по данным СЭМ–EDS-анализа [составлено автором]

Количественные результаты локального EDS-анализа характерных участков поперечного сечения выпуклого рельефа после двух циклов обработки приведены в таблице 4.2. Как видно из таблицы 4.2, в большинстве исследованных точек основными элементами являются Fe, Cr и Ni, что соответствует металлической основе коррозионностойкой аустенитной стали 12X18H10T. В локальных участках, соответствующих металлической матрице, содержание железа составляет 63,74–70,61 мас. %, хрома – 10,84–18,82 мас. %, никеля – 13,28–15,29 мас. %. Кроме того, в этих точках фиксируются небольшие

количества кремния, марганца и молибдена. Такое соотношение элементов свидетельствует о том, что в объёме выпуклого рельефа существенного перераспределения основных легирующих элементов не происходит, а химический состав большинства зон остаётся близким к составу исходного материала. В то же время для отдельных локальных участков выявлен существенно иной состав. Наиболее характерными являются участки, соответствующие спектрам 198 и 199, для которых установлено повышенное содержание кислорода – 29,21 и 18,69 мас. % соответственно, а также высокое содержание хрома – 57,52 и 63,77 мас. % при пониженном содержании железа – 9,11 и 14,09 мас. %. Кроме того, в данных участках присутствуют марганец, кремний и следовые количества алюминия и ванадия. Такое соотношение элементов характерно для локальных поверхностных участков, содержащих оксидную фазу, обогащённую хромом. Следовательно, после двух циклов обработки на поверхности выпуклого рельефа также сохраняются химически неоднородные оксидные области.

Таблица 4.2 – Элементный состав характерных участков поперечного сечения выпуклого рельефа после двух циклов обработки по данным EDS-анализа, мас. % [составлено автором]

Спектр	O	Si	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo	Примечание
197	–	0,45	18,82	1,06	63,74	13,28	2,65	металлическая основа
198	29,21	0,76	57,52	3,01	9,11	–	–	локальный участок, обогащённый кислородом и хромом
199	18,69	0,82	63,77	2,23	14,09	–	–	локальный участок, обогащённый кислородом и хромом
200	–	0,10	10,84	–	69,91	15,29	3,85	металлическая основа
201	–	0,13	11,45	–	70,61	14,64	3,17	металлическая основа
202	–	0,12	14,38	–	67,26	14,66	3,59	металлическая основа

Примечание: «←» элемент не зафиксирован либо его содержание в спектре не приведено.

Суммарный EDS-спектр элементной карты поперечного сечения сформированного выпуклого рельефа после двух циклов обработки приведён на рисунке 4.8. Анализ суммарного спектра подтверждает, что исследуемая область в целом включает не только металлическую основу, но и локальные оксидные участки. При этом преобладающими элементами по-прежнему остаются железо, хром и никель, что указывает на сохранение металлической основы выпуклого рельефа как основной составляющей исследуемой области.

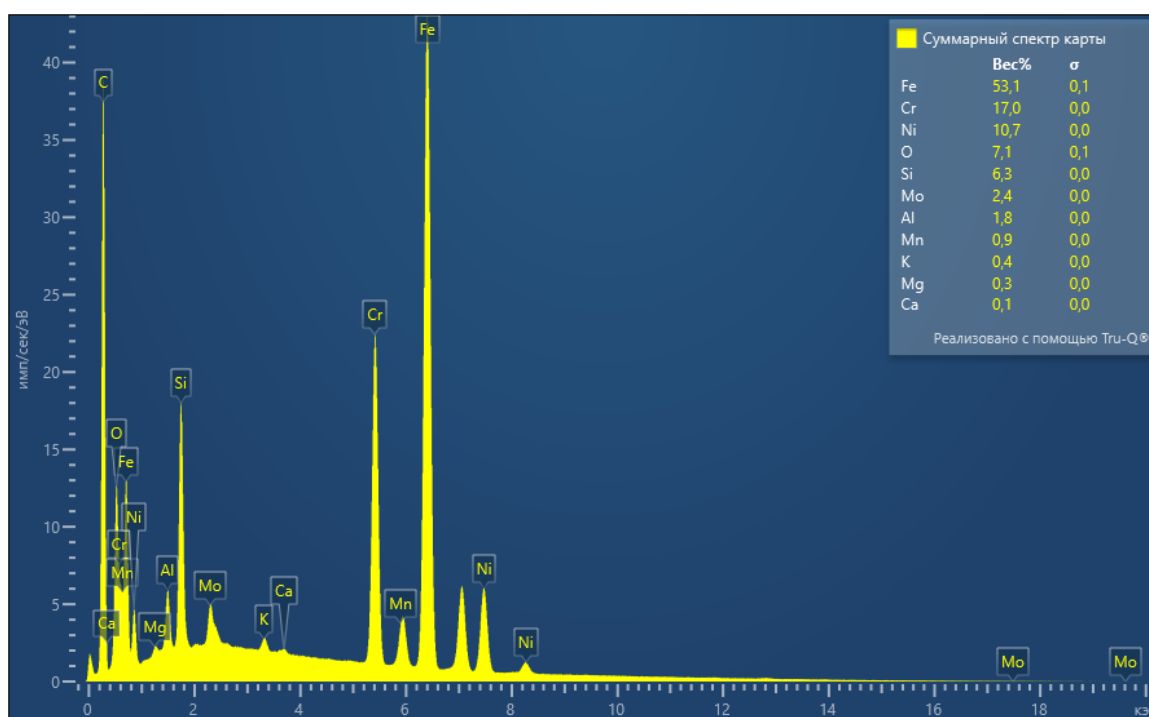


Рисунок 4.8 – Суммарный EDS-спектр элементной карты поперечного сечения сформированного выпуклого рельефа после двух циклов обработки [составлено автором]

Таким образом, результаты СЭМ–EDS-анализа показывают, что в поперечном сечении выпуклого рельефа, сформированного за два цикла обработки, можно выделить две характерные составляющие: металлическую основу, состав которой в целом соответствует стали 12X18H10T, и локальные участки, обогащённые кислородом и хромом. Это позволяет сделать вывод о сохранении в зоне лазерного воздействия оксидной фазы, локализованной преимущественно на поверхности выпуклого рельефа.

4.1.3 Сравнительный анализ элементного состава выпуклого рельефа после одного и двух циклов обработки

Сопоставление результатов EDS-анализа выпуклого рельефа, сформированного за один и за два цикла обработки, показывает, что в обоих случаях основными элементами металлической основы остаются железо, хром и никель, а общий характер распределения элементов соответствует составу коррозионностойкой аустенитной стали 12X18H10T. Для выпуклого рельефа после одного цикла в локальных участках, соответствующих металлической матрице, содержание железа составляет 63,10–67,85 мас. %, хрома – 14,24–19,72 мас. % и никеля – 12,47–14,25 мас. %. Для выпуклого рельефа после двух циклов аналогичные участки характеризуются содержанием железа 63,74–70,61 мас. %, хрома 10,84–18,82 мас. % и никеля 13,28–15,29 мас. %. Следовательно, в объёме металлической основы при увеличении числа циклов обработки существенного перераспределения основных легирующих элементов не наблюдается.

Вместе с тем в обоих случаях на поверхности выпуклого рельефа фиксируются локальные участки, существенно отличающиеся по составу от металлической матрицы и характеризующиеся повышенным содержанием кислорода и хрома. После одного цикла обработки наиболее выраженный оксидный участок соответствует спектру 180, для которого установлено содержание кислорода 30,24 мас. %, хрома 57,40 мас. % и железа 7,50 мас. %. После двух циклов обработки аналогичные по составу участки выявлены в спектрах 198 и 199, где содержание кислорода составляет 29,21 и 18,69 мас. %, содержание хрома – 57,52 и 63,77 мас. %, а содержание железа – 9,11 и 14,09 мас. % соответственно. Такое соотношение элементов указывает на присутствие в зоне выпуклого рельефа локальных оксидных областей, обогащённых хромом.

Сравнение полученных данных показывает, что увеличение числа циклов обработки не изменяет принципиально характер химической неоднородности зоны выпуклого рельефа, однако сопровождается сохранением оксидной

составляющей и её выявлением в большем числе локальных участков исследуемой области. Это может быть связано с повторным тепловым воздействием на уже сформированный выпуклого рельефа, способствующим дополнительному окислению поверхности и сохранению оксидных участков в приповерхностной зоне. При этом в металлической матрице выпуклого рельефа заметного обеднения или перераспределения основных легирующих элементов не установлено.

Таким образом, по данным EDS-анализа для выпуклого рельефа, сформированного как за один, так и за два цикла обработки, характерно сочетание металлической основы, состав которой близок к исходной аустенитной стали, и локальных поверхностных участков оксидного происхождения, обогащённых кислородом и хромом. Следовательно, увеличение числа циклов обработки влияет прежде всего на состояние поверхности выпуклого рельефа и выраженность оксидной составляющей, тогда как химический состав металлической основы в целом сохраняется. Полученные результаты согласуются с данными последующего рентгенофазового анализа, в котором среди возможных соединений рассматриваются оксиды железа и оксид железа и хрома. В связи с этим для уточнения фазового состояния сформированного слоя и идентификации возможных соединений далее был выполнен рентгенофазовый анализ.

4.2 Анализ фазового состава в зоне сформированного выпуклого рельефа

Фазовый состав рельефа, сформированного лазерной обработкой, исследовали методом рентгеновской дифрактометрии. Анализ выполняли для четырёх разных образцов: с выпуклым рельефом, сформированным за один цикл обработки; за два цикла обработки; за три цикла обработки; а также рельефа, сформированного за два цикла обработки с финишной обработкой (лазерным полированием поверхности). Кристаллографические данные фаз, которые могут присутствовать в исследуемых образцах по результатам качественного анализа, приведены в таблице 4.3, а совмещённые дифрактограммы исследуемых образцов и возможные фазы – на рисунке 4.9 [75;10;9].

Таблица 4.3 – Кристаллографические данные фаз, возможно присутствующих в исследуемых образцах [составлено автором]

№	Фаза	Формула	Кристаллическая система	Пространственная группа	Параметры ячейки	PDF-2 / COD №
1	Железо	(Fe, Ni)	Кубическая (ГЦК)	225: Fm-3m	3.598,3.598,3.598, 90.00,90.00,90.00	00-047-1417
2	Железо	Fe	Кубическая (ОЦК)	229: Im-3m	2.866,2.866,2.866, 90.00,90.00,90.00	00-089-7194
3	Графит	C	Гексагональная	194 : P63/mmc	2.465,2.465,6.721, 90.00,90.00,120.00	00-023-0064
4	Магнетит	Fe ₃ O ₄	Кубическая	227 : Fd-3m	8.396,8.396,8.396, 90.00,90.00,90.00	00-019-0629
5	Оксид железа хрома	Cr ₂ Fe O ₄	Тетрагональная	-	8.497,8.497,8.115, 90.00,90.00,90.00	00-024-0511
6	Маггемит-С	Fe ₂ O ₃	Кубическая	213 : P4132	8.351,8.351,8.351, 90.00,90.00,90.00	00-039-1346
7	Маггемит	Fe ₂ O ₃	Тетрагональная	96 : P 43 21 2	8.340,8.340,8.322, 90.00,90.00,90.00	9012692

Согласно данным рисунка 4.9, фазовый состав всех исследованных образцов представлен преимущественно основной фазой с гранцентрированной кубической решёткой, соответствующей γ -Fe. Данная фаза является основной структурной составляющей аустенитной стали 12X18H10T и определяет состояние металлической матрицы выпуклого рельефа. Наряду с этим на дифрактограммах фиксируется ряд слабоинтенсивных максимумов, которые, с учётом данных таблицы 4.3, могут быть отнесены к оксидным фазам железа и железо-хромистым оксидам, в том числе магнетиту Fe_3O_4 , маггемиту Fe_2O_3 и окислу железа и хрома Cr_2FeO_4 . Кроме того, по результатам качественного анализа, представленным на рисунке 4.9, не исключается присутствие графита. Наличие слабоинтенсивных максимумов, предположительно принадлежащих оксидным фазам, хорошо согласуется с результатами элементного анализа, согласно которым в зоне сформированного выпуклого рельефа выявлены локальные участки, обогащённые кислородом и хромом. Следовательно, данные рентгенофазового анализа подтверждают, что при многопроходной лазерной обработке в приповерхностной области выпуклого рельефа могут формироваться оксидные соединения. Увеличенный участок дифрактограмм исследуемых образцов приведён на рисунке 4.10. Как видно из рисунка 4.10, для образца с выпуклым рельефом, сформированным за два цикла обработки, в основании пика с межплоскостным расстоянием $d = 2,077 \text{ \AA}$ отчётливо проявляется дополнительный рефлекс с $d = 2,035 \text{ \AA}$, тогда как в остальных образцах наблюдается лишь характерное уширение в данной области. Согласно протоколу испытаний, данный рефлекс может принадлежать фазе с объёмноцентрированной кубической решёткой. При этом по данным рентгенофазового анализа её однозначная идентификация затруднена, поскольку такая фаза может быть связана с присутствием α -Fe, δ -феррита либо кубического мартенсита. С учётом состава исследуемой стали и условий кристаллизации в зоне лазерного переплава не исключается, что выявленная ОЦК-фаза может быть отнесена к δ -ферритной составляющей, однако для её однозначной идентификации данных РФА

недостаточно. Таким образом, в исследуемых образцах наряду с основной γ -фазой не исключается присутствие небольшой доли ОЦК-фазы железа.

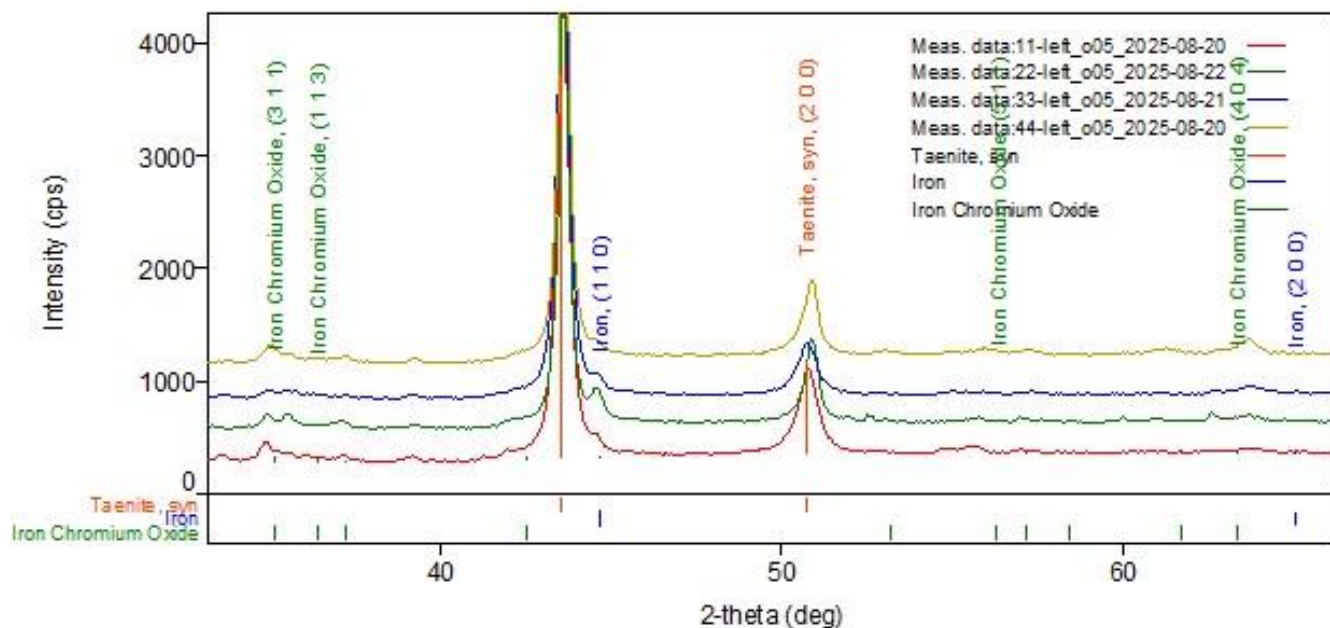
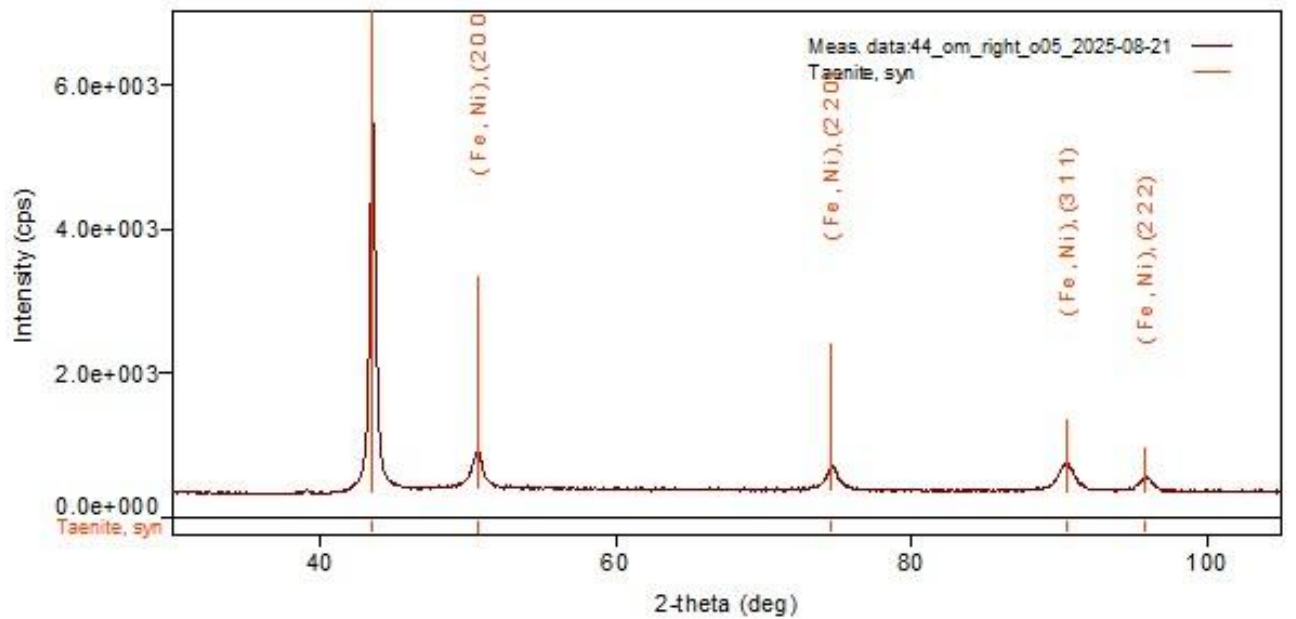


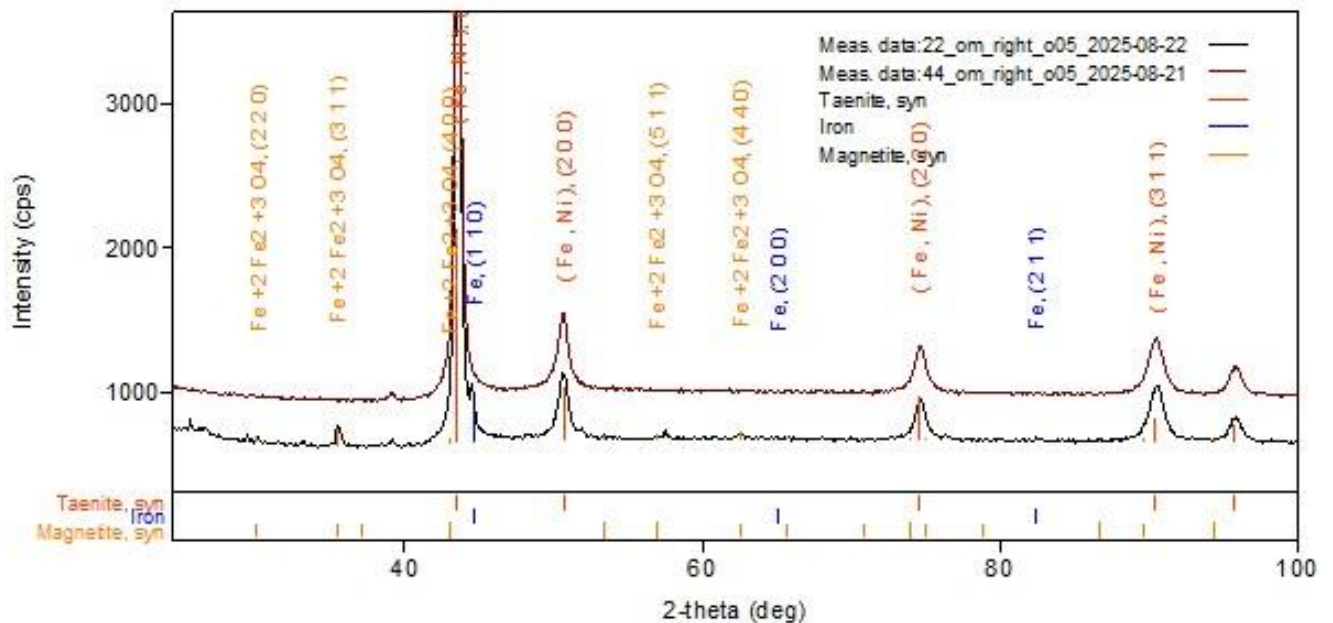
Рисунок 4.10 – Участок дифрактограмм исследуемых образцов в области рефлекса с $d = 2,077\text{\AA}$ и дополнительного рефлекса с $d = 2,035\text{\AA}$ [составлено автором]

Особого внимания заслуживает состояние образца с выпуклым рельефом, сформированным за два цикла обработки с финишной обработкой (лазерным полированием поверхности). Как показано на рисунке 4.11, в этом случае по результатам качественного анализа наблюдается только одна основная фаза – аустенит. Сравнение фазового состава образца после двух циклов обработки и образца после двух циклов обработки с финишной обработкой, также представленное на рисунке 4.11, показывает, что после лазерного полирования признаки дополнительной ОЦК-фазы выражены слабее либо отсутствуют в пределах чувствительности метода.

Таким образом, результаты рентгенофазового анализа показывают, что во всех исследованных состояниях основной фазой сформированного выпуклого рельефа остаётся γ -Fe с ГЦК-решёткой, что свидетельствует о сохранении аустенитной основы материала после лазерной обработки.



(a)



(б)

Рисунок 4.11 – Сравнение фазового состава образцов после двух циклов обработки и после двух циклов обработки с финишной обработкой (лазерным полированием поверхности): (а) – фазовый состав образца после двух циклов обработки с финишной обработкой; (б) – сравнение фазового состава образцов после двух циклов обработки и после двух циклов обработки с финишной обработкой [составлено автором]

Наряду с этим, как следует из рисунка 4.9 и таблицы 4.3, в образцах фиксируются слабоинтенсивные дифракционные максимумы, которые могут быть связаны с формированием оксидных фаз железа и железо-хромистых оксидов.

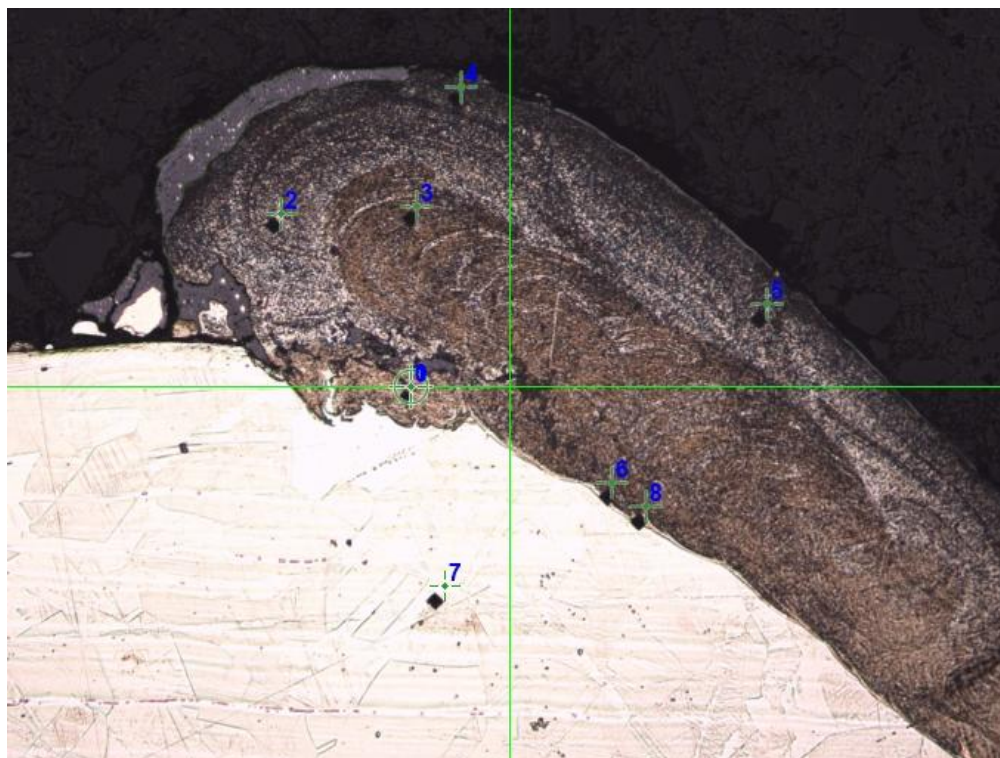
Для части образцов, согласно рисунку 4.9, также не исключается наличие небольшой доли ОЦК-фазы железа, которая может быть связана с α -Fe, δ -Fe или кубическим мартенситом, однако её точная идентификация по данным РФА требует осторожной интерпретации. В целом полученные результаты позволяют заключить, что лазерная обработка в исследуемых режимах не приводит к утрате аустенитной основы выпуклого рельефа, а основные фазовые изменения связаны с формированием оксидной составляющей в поверхностной зоне.

4.3 Исследование микротвёрдости в зоне сформированного выпуклого рельефа

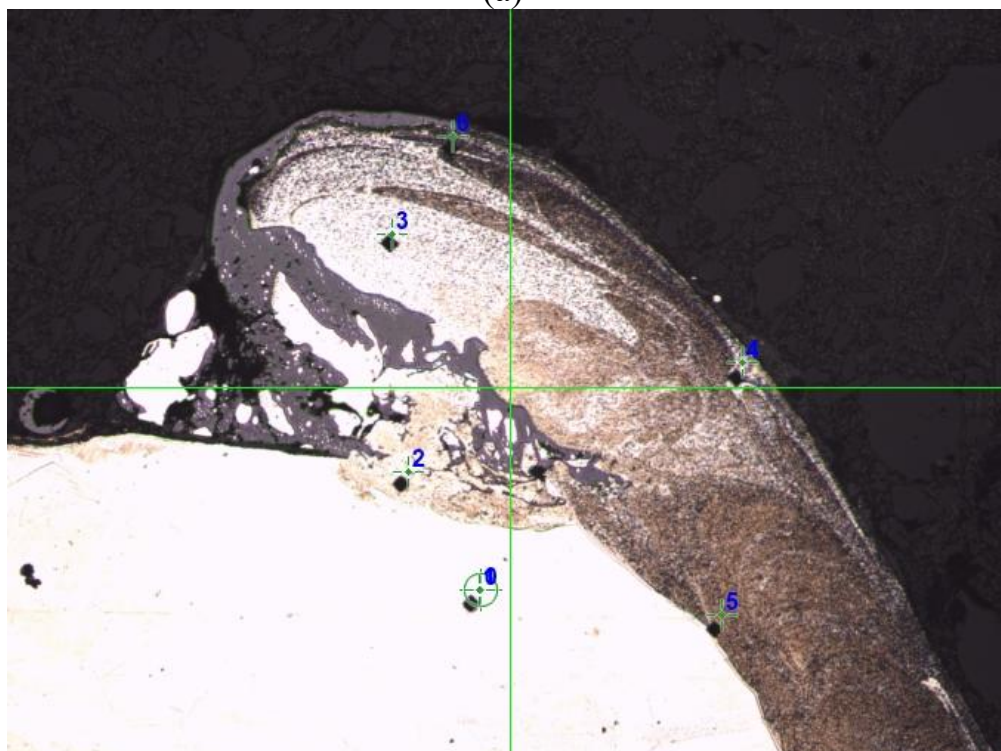
Измерение микротвёрдости проводили по сечению выпуклого рельефа методом Виккерса при нагрузке HV 0,025. Для анализа в диссертации рассматривали два вида образцов: выпуклый рельеф, сформированный за один цикл обработки, и за один цикл обработки с финишной обработкой поверхности. Результаты измерений микротвёрдости и характер её распределения по сечению приведены в таблице 4.4 и на рисунке 4.12 [75;10;9].

Таблица 4.4 – Результаты измерения микротвёрдости в зоне сформированного выпуклого рельефа, HV 0,025 [составлено автором]

№ измерения	Микротвердость, HV 0.025	
	Выпуклый рельеф, сформированный за один цикл обработки	Выпуклый рельеф, сформированный за два цикла обработки
1	346	221
2	244	241
3	226	206
4	257	209
5	208	258
6	240	204
7	239	-
8	262	-



(a)



(б)

Рисунок 4.12 – Распределение микротвёрдости по сечению выпуклого рельефа: (а) – рельеф, сформированный за один цикл обработки; (б) – рельеф, сформированный за два цикла обработки [составлено автором]

Для выпуклого рельефа, сформированного за один цикл обработки, значения микротвёрдости изменяются в диапазоне от 208 до 346 HV 0,025.

Наибольшее значение микротвёрдости зафиксировано в одной из локальных зон выпуклого рельефа, тогда как в остальных точках измеренные значения находятся преимущественно в интервале 226–262 HV 0,025. Среднее значение микротвёрдости для данного состояния составляет 252,8 HV 0,025. Как видно из рисунка 4.12, а, распределение микротвёрдости по сечению является неравномерным, что указывает на наличие локальных участков, различающихся по структурному состоянию.

Для выпуклого рельефа, сформированного за один цикл обработки с финишной обработкой поверхности, значения микротвёрдости изменяются в диапазоне от 204 до 258 HV 0,025, а среднее значение составляет 223,2 HV 0,025. По сравнению с выпуклым рельефом без финишной обработки разброс значений в данном случае меньше, а профиль распределения микротвёрдости по сечению является более ровным (рисунок 4.12, б). Это свидетельствует о том, что финишная обработка поверхности способствует снижению локальной неоднородности сформированного слоя и выравниванию распределения микротвёрдости.

Сопоставление полученных результатов показывает, что для выпуклого рельефа без финишной обработки характерны более высокие локальные значения микротвёрдости, однако распределение твёрдости по сечению в этом случае менее равномерно. После финишной обработки максимальные значения микротвёрдости снижаются, а её распределение становится более однородным. Такой характер изменения можно связать с дополнительным тепловым воздействием на поверхностный слой, приводящим к частичному выравниванию структурного состояния выпуклого рельефа.

Таким образом, результаты измерения микротвёрдости показывают, что в зоне сформированного выпуклого рельефа наблюдается неоднородное распределение твёрдости по сечению. Для выпуклого рельефа без финишной обработки характерен более широкий разброс значений и наличие локальных участков с повышенной микротвёрдостью, тогда как после финишной обработки распределение значений становится более ровным. Это может свидетельствовать

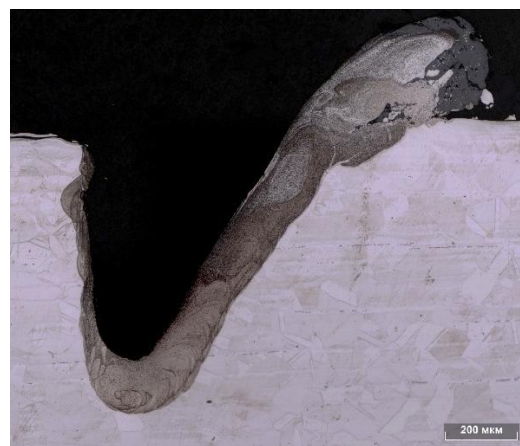
о снижении локальной неоднородности состояния поверхностного слоя под действием дополнительного теплового воздействия.

4.4 Исследование микроструктуры в зоне сформированного выпуклого рельефа

Результаты исследования микроструктуры поперечного сечения выпуклого рельефа, сформированного на поверхности стали 12Х18Н10Т, представлены на рисунках 4.13 и 4.14. На рисунке 4.13 показаны поперечные шлифы выпуклого рельефа, полученного за один и за два цикла обработки, а на рисунке 4.14 – общий вид рельефа и характерные зоны, выбранные для микроструктурного анализа [75;10;9].



(а)



(б)

Рисунок 4.13 – Поперечные шлифы выпуклого рельефа и его микроструктура, полученные на поверхности стали 12Х18Н10Т: а – после одного цикла обработки; б – после двух циклов обработки [составлено автором]

Установлено, что структура основного металла представлена аустенитом с величиной зерна 6–8 балла по ГОСТ 5639–82. В зоне сформированного выпуклого рельефа наблюдается выраженное измельчение структуры: в различных участках формируется мелкозернистая и ультрамелкозернистая аустенитная структура, соответствующая 16–18 баллу зерна по ГОСТ 5639–82. Таким образом, лазерное воздействие приводит к существенному изменению структурного состояния поверхностного слоя при сохранении аустенитной структуры материала.

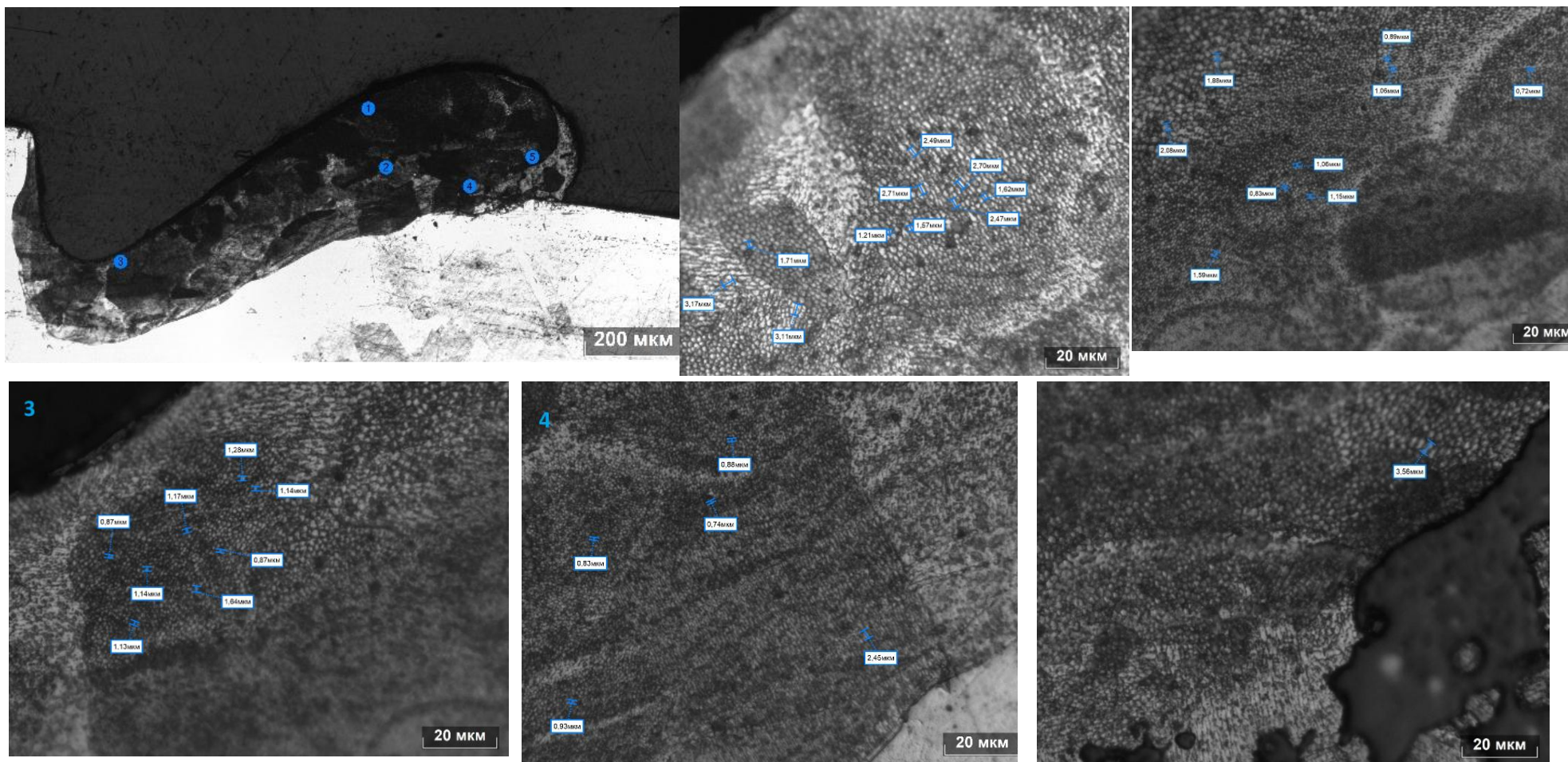


Рисунок 4.14 – Вид выпуклого рельефа в поперечном сечении на поверхности стали 12X18H10T с характерными зонами микроструктурного анализа и микроструктура исследованных участков [составлено автором]

Как видно из рисунка 4.14, в зоне выпуклого рельефа формируется слоистая структура. Её образование связано с тем, что расстояние между соседними векторами сканирования (10 мкм) значительно меньше диаметра лазерного пятна (около 60 мкм), вследствие чего происходит многократное перекрытие зон воздействия, сопровождающееся повторным нагревом и переплавом материала. При увеличении числа циклов обработки расширяется область ультрадисперсной структуры, что связано с повторным термическим воздействием, усиливающим процессы переплава и последующей кристаллизации. Высокая скорость охлаждения может также способствовать формированию крайне мелкодисперсного состояния, а в отдельных локальных участках – предположительно тонкого слоя аморфной структуры. В обоих случаях на поверхности рельефа наблюдается оксидная плёнка, что согласуется с результатами элементного и рентгенофазового анализа. При этом нижняя часть выступа по цвету практически не отличается от основного металла, тогда как верхняя часть многократно нагревается и переплавляется, что способствует более выраженному измельчению структуры.

Таким образом, результаты микроструктурного анализа показывают, что формирование выпуклого рельефа на поверхности стали 12X18H10T сопровождается развитием мелкозернистой и ультрамелкозернистой аустенитной структуры в зоне лазерного воздействия. Увеличение числа циклов обработки приводит к дальнейшему измельчению структуры и расширению области ультрадисперсного состояния, при этом признаков формирования карбидных фаз по данным микроструктурного анализа не выявлено. Полученные результаты свидетельствуют о том, что в исследуемых режимах лазерная обработка обеспечивает формирование выпуклого рельефа с выраженным изменением дисперсности структуры, но без утраты аустенитной основы материала.

4.5 Выводы по главе 4

По результатам главы 4 установлено, что лазерная обработка, применяемая для формирования выпуклого рельефа на поверхности стали 12X18H10T,

приводит к изменению структурно-фазового состояния и свойств зоны рельефа и прилегающей зоны термического влияния при сохранении аустенитной основы материала. Показано, что основное влияние лазерного воздействия проявляется в формировании химически и структурно неоднородного поверхностного слоя, включающего металлическую основу и локальные участки оксидного происхождения. По данным СЭМ–EDS-анализа установлено, что как для выпуклого рельефа, сформированного за один цикл обработки, так и для рельефа, сформированного за два цикла, основными элементами металлической основы остаются Fe, Cr и Ni, а их соотношение в большинстве локальных участков соответствует составу коррозионностойкой аустенитной стали 12X18H10T. Вместе с тем в обоих случаях выявлены локальные участки, обогащённые кислородом и хромом, что указывает на наличие оксидной составляющей в зоне рельефа. Увеличение числа циклов обработки не приводит к заметному перераспределению основных легирующих элементов в объёме металлической матрицы, однако сопровождается сохранением химической неоднородности поверхности и оксидных участков в приповерхностной области. Рентгенофазовый анализ показал, что во всех исследованных состояниях основной фазой сформированного выпуклого рельефа является γ -Fe с ГЦК-решёткой, что свидетельствует о сохранении аустенитной основы после лазерной обработки. Наряду с этим на дифрактограммах фиксируются слабоинтенсивные максимумы, которые могут быть связаны с оксидными фазами железа и железо-хромистыми оксидами. Для части образцов также не исключается наличие небольшой доли ОЦК-фазы железа, которая может быть связана с α -Fe, δ -Fe либо кубическим мартенситом, однако её однозначная идентификация по данным РФА затруднена. Показано, что после двух циклов обработки с финишной обработкой поверхности в исследуемом образце фиксируется только аустенитная фаза.

Исследование микротвёрдости показало, что в зоне сформированного выпуклого рельефа наблюдается неоднородное распределение твёрдости по сечению. Для рельефа, сформированного за один цикл обработки, характерны более высокие локальные значения микротвёрдости и больший разброс

результатов, тогда как после повторного теплового воздействия распределение значений становится более равномерным. Это свидетельствует о снижении локальной неоднородности состояния поверхностного слоя под действием дополнительного лазерного нагрева.

По результатам микроструктурного анализа установлено, что структура основного металла представлена аустенитом с величиной зерна 6–8 балла по ГОСТ 5639–82, тогда как в зоне сформированного выпуклого рельефа развивается мелкозернистая и ультрамелкозернистая аустенитная структура, соответствующая 16–18 баллу. Формирование рельефа сопровождается появлением слоистой структуры, связанной с многократным перекрытием зон лазерного воздействия, а увеличение числа циклов обработки приводит к дальнейшему измельчению структуры и расширению области ультрадисперсного состояния. При этом по данным микроструктурного анализа признаки формирования карбидных фаз не выявлены.

Таким образом, в главе 4 показано, что лазерное формирование выпуклого рельефа на поверхности стали 12X18H10T сопровождается локальным изменением элементного, фазового и структурного состояния поверхностного слоя, однако не приводит к утрате аустенитной основы материала. Основные изменения связаны с развитием мелко- и ультрамелкозернистой аустенитной структуры, формированием локальной оксидной составляющей и изменением распределения микротвёрдости в зоне рельефа. Полученные результаты позволяют обосновать возможность формирования выпуклого рельефа без критического нарушения структурно-фазового состояния исследуемой стали и служат основой для последующей оценки эксплуатационных свойств полученной маркировки.

ГЛАВА 5 КОМПЛЕКСНАЯ ОЦЕНКА ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ СВОЙСТВ ЛАЗЕРНОЙ МАРКИРОВКИ

5.1 Оценка коррозионной стойкости лазерной маркировки

Для оценки возможности практического применения выпуклой лазерной маркировки на поверхности изделий из стали 12Х18Н10Т необходимо установить стойкость к коррозионному воздействию в условиях, приближенных к эксплуатационным. Актуальность таких исследований обусловлена тем, что элементы нефтегазового и криогенного оборудования могут работать в условиях повышенной влажности, воздействия хлоридсодержащих сред, атмосферных осадков и конденсатов, способных вызывать деградацию поверхностного слоя и снижать читаемость маркировки. В связи с этим в настоящем разделе выполнена комплексная оценка коррозионной стойкости лазерной маркировки с использованием испытаний в камере соляного тумана и электрохимических исследований, позволяющих оценить как поведение поверхности в условиях ускоренного коррозионного воздействия, так и изменение электрохимических характеристик в зоне лазерной обработки.

5.1.1 Оценка коррозионной стойкости в камере соляного тумана

Испытания в камере соляного тумана позволили оценить сохранность лазерной маркировки при ускоренном воздействии хлоридсодержащей среды. Результаты испытаний лазерной маркировки в камере соляного тумана показали, что после выдержки в течение 240 ч как в условиях нейтрального, так и кислого соляного тумана на поверхности образцов не наблюдается продуктов коррозии, питтингов или иных признаков выраженной деградации. Общий вид образцов после выдержки в нейтральном соляном тумане приведён на рисунке 5.1, а после выдержки в кислом соляном тумане – на рисунке 5.2. Как видно из представленных изображений, сформированный выпуклый рельеф сохраняет целостность и чёткость, а следов разрушения поверхности в зоне лазерной маркировки не выявлено.

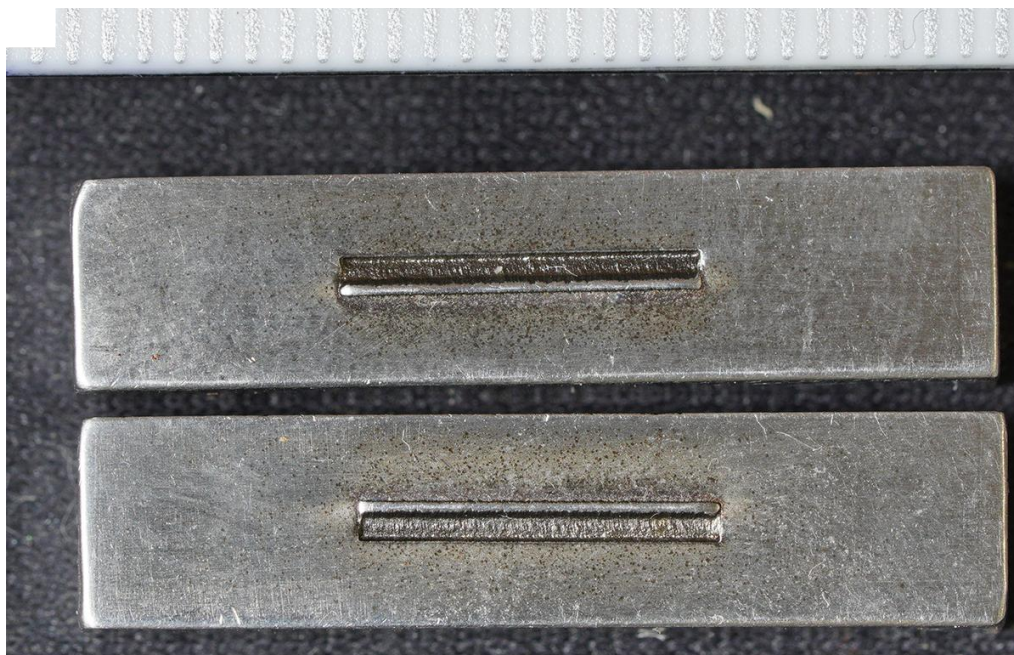


Рисунок 5.1 – Образцы после выдержки в нейтральном соляном тумане в течение 240 ч [фото автора]



Рисунок 5.2 – Образцы после выдержки в кислом соляном тумане в течение 240 ч [фото автора]

Гравиметрическая оценка также не выявила снижения массы образцов в пределах погрешности измерений. Это свидетельствует об отсутствии заметного коррозионного разрушения материала в исследуемых условиях и позволяет заключить, что лазерная маркировка не вызывает ускоренного снижения коррозионной стойкости исследуемой стали по сравнению с основным металлом.

Исследование поверхности основного металла после выдержки в кислой среде также не выявило следов коррозионного разрушения (рисунок 5.3).

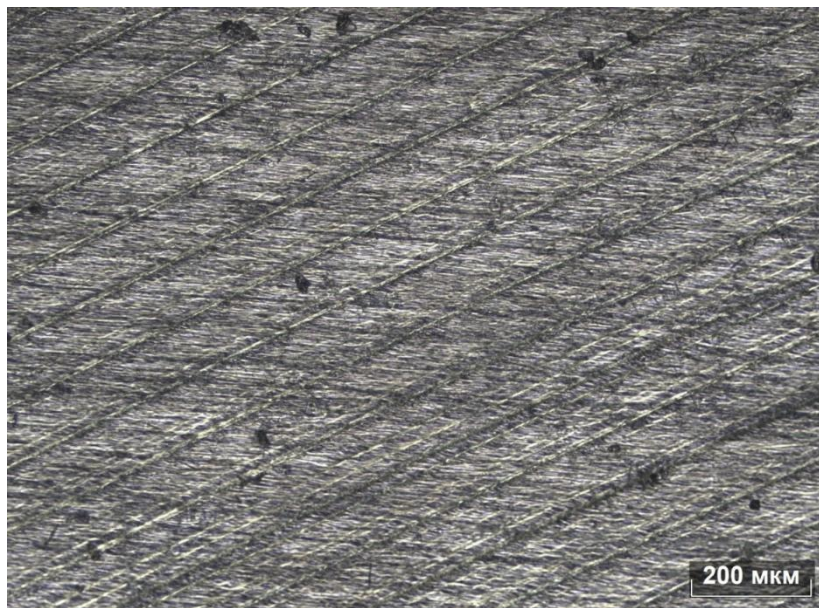


Рисунок 5.3 – Поверхность основного металла после выдержки в кислом соляном тумане, $\times 100$ [составлено автором]

Таким образом, результаты испытаний в камере соляного тумана показывают, что сформированный на поверхности стали 12X18H10T выпуклый рельеф, рассматриваемый в качестве маркировки, сохраняет коррозионную стойкость в условиях как нейтрального, так и кислого соляного тумана при продолжительности выдержки 240 ч. Визуальный осмотр, гравиметрический анализ и металлографические исследования не выявили признаков коррозионного разрушения и заметной потери массы. Полученные результаты позволяют сделать вывод о коррозионной нейтральности выбранного способа лазерной маркировки в исследуемых условиях испытаний.

5.1.2 Электрохимическая оценка коррозионной стойкости

Электрохимическая оценка коррозионной стойкости была выполнена для сопоставления поведения основного металла и металла в зоне лазерной маркировки в хлоридсодержащей среде. Результаты электрохимических исследований приведены в таблице 5.1, а внешний вид исследованных областей после испытаний – на рисунках 5.4 и 5.5.

Таблица 5.1 – Результаты электрохимической оценки коррозионной стойкости [составлено автором]

Зона исследования	Стационарный потенциал Ест, В	Потенциал коррозии Екор, В	Потенциал питтингообразования Епит, В	Базис питтингостойкости ΔЕ, В	Скорость коррозии, мм/год
Основной металл	-0,003	-0,157	0,508	0,665	≤ 0,001
Металл в зоне лазерной обработки	-0,188	-0,199	0,084	0,283	0,002
Металл в зоне лазерной обработки	-0,217	-0,249	0,074	0,323	0,003

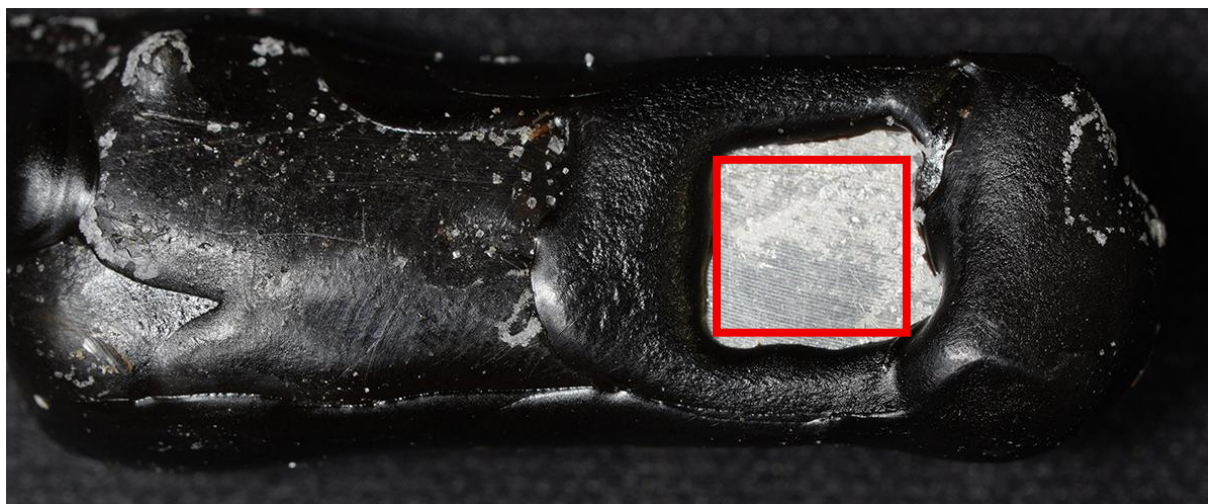


Рисунок 5.4 – Исследованная область в зоне основного металла после электрохимических исследований [составлено автором]



Рисунок 5.5 – Исследованная область в зоне лазерной обработки после электрохимических исследований (изоляция удалена) [составлено автором]

Как видно из таблицы 5.1, электрохимические характеристики основного металла и зоны лазерной маркировки различаются. Для основного металла стационарный потенциал составляет 0,003 В, а потенциал коррозии -0,157 В. В зоне лазерной обработки стационарный потенциал смещается в отрицательную область и составляет от -0,188 до -0,217 В, а потенциал коррозии изменяется от -0,199 до -0,249 В. Такое смещение указывает на снижение электрохимической устойчивости поверхности в зоне лазерного воздействия по сравнению с основным металлом.

Наиболее показательной характеристикой для оценки стойкости исследуемого материала к локальной коррозии является базис питтингостойкости

ΔE , определяемый как разность между потенциалом питтингообразования и потенциалом коррозии. Для основного металла значение ΔE составляет 0,665 В, тогда как для металла в зоне лазерной обработки – 0,283 и 0,323 В, среднее значение – около 0,303 В. Таким образом, запас питтингостойкости в зоне лазерной маркировки снижается примерно в два раза по сравнению с основным металлом. Одновременно расчётная скорость коррозии возрастает от значения не более 0,001 мм/год для основного металла до 0,002 – 0,003 мм/год для зоны лазерной обработки.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что лазерное воздействие изменяет электрохимическое состояние поверхностного слоя, снижая его устойчивость к локальному разрушению пассивного состояния в хлоридсодержащей среде. Снижение значений потенциала питтингообразования и базиса питтингостойкости может быть связано с формированием в зоне выпуклого рельефа более химически и структурно неоднородного состояния поверхности, включая наличие оксидной составляющей, выявленной по результатам СЭМ–EDS-анализа и рентгенофазового исследования.

Внешний вид исследованной области в зоне основного металла после электрохимических испытаний приведён на рисунке 5.4, а исследованной области в зоне лазерной маркировки – на рисунке 5.5. Эти изображения подтверждают, что электрохимическая оценка проводилась отдельно для основного металла и зоны лазерного воздействия, что позволило непосредственно сопоставить их коррозионное поведение.

Таким образом, результаты электрохимических исследований показывают, что в зоне лазерной маркировки коррозионная стойкость несколько ниже, чем у основного металла, прежде всего по показателю питтингостойкости. Вместе с тем полученные значения свидетельствуют о сохранении коррозионной стойкости на достаточном уровне и не указывают на критическое ухудшение состояния поверхности после лазерного воздействия, что также подтверждается результатами испытаний в камере соляного тумана. Следовательно, формирование лазерной маркировки сопровождается локальным снижением

запаса стойкости к питтинговой коррозии по сравнению с основным металлом, однако в целом не исключает возможности её практического применения, в том числе в условиях воздействия хлоридсодержащих сред.

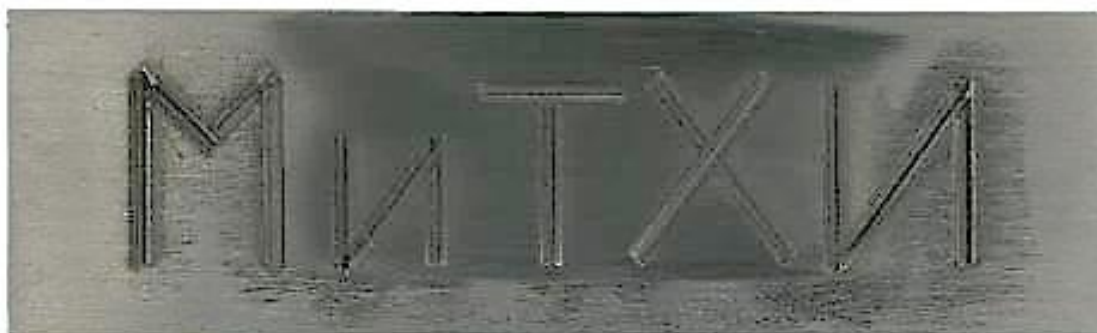
5.2 Оценка стойкости выпуклой рельефной маркировки к абразивному износу

Для оценки эксплуатационной пригодности лазерной маркировки наряду с коррозионной стойкостью необходимо определить её устойчивость к механическому изнашиванию. Это обусловлено тем, что в процессе транспортировки, монтажа и эксплуатации изделий маркировка может подвергаться трению и абразивному воздействию, приводящим к снижению читаемости. В связи с этим в настоящем разделе выполнена оценка стойкости лазерной маркировки к абразивному износу, позволяющая установить характер изнашивания сформированного выпуклого рельефа, изменение его геометрии и сохранность идентифицирующих элементов при длительном механическом воздействии. Предварительно была определена плотность образцов, необходимая для расчёта потери объёма. Результаты измерений показали, что плотность всех трёх образцов близка и составляет 8046, 8076 и 8020 кг/м³ соответственно, что свидетельствует об их сопоставимости по исходному состоянию материала. Результаты определения плотности приведены в таблице 5.2.

Таблица 5.2 – Результаты измерения плотности [составлено автором]

Образец, №	Масса на воздухе, г	Масса в воде, г			Средняя плотность, кг/м ³
		Измерение №1	Измерение №2	Измерение №3	
1	Масса	4,7100	4,7200	4,7200	8046
	Плотность, кг/м ³	8057	8040	8040	
2	Масса	4,7000	4,6900	4,7000	8076
	Плотность, кг/м ³	8071	8088	8071	
3	Масса	4,7300	4,7100	4,7200	8020
	Плотность, кг/м ³	8003	8037	8020	

Уже после первых 100 оборотов колеса зона износа формировалась воспроизводимо на всех трёх образцах и захватывала буквы «и», «Т» и «Х», что показано на рисунке 5.6. Это позволило далее сопоставлять развитие износа в одинаковой зоне контакта для всех исследуемых образцов. Наиболее интенсивному изнашиванию подвергалась центральная часть отпечатка, соответствующая букве «Т».



Образец №1



Образец №2



Образец №3

Рисунок 5.6 – Зона износа после 100 оборотов колеса [составлено автором]

Результаты оценки общей массопотери и потери объёма в процессе испытаний приведены в таблице 5.3, а соответствующие зависимости – на рисунке 5.7.

Таблица 5.3 – Результаты оценки общей массопотери и потери объёма [составлено автором]

Образец, №	Общая массопотеря, г / общее количество оборотов колеса после цикла							
	100 (71,8 м)	200 (143,6 м)	400 (287,2 м)	600 (430,8 м)	1000 (718 м)	1400 (1005,2 м)	2200 (1579,6 м)	4000 (2872 м)
1	0,0213	0,0353	0,0578	0,0774	0,1169	0,1332	0,1786	0,27
1 (обр. сторона)	X	X	X	X	X	X	X	0,1464
2	0,0194	0,0332	0,0550	0,0734	0,1004	0,1254	0,1673	0,2496
2 (обр. сторона)	X	X	X	X	X	X	0,0675	X
3	0,0166	0,0298	0,0485	0,0649	0,092	0,1155	0,1552	0,2392
3 (обр. сторона)	X	X	X	X	0,0267	X	X	X
Образец, №	Общая потеря объёма, мм ³ / общее количество оборотов колеса после цикла							
	100 (71,8 м)	200 (143,6 м)	400 (287,2 м)	600 (430,8 м)	1000 (718 м)	1400 (1005,2 м)	2200 (1579,6 м)	4000 (2872 м)
1	2,65	4,39	7,18	9,62	14,53	16,56	22,20	33,56
1 (обр. сторона)	X	X	X	X	X	X	X	18,20
2	2,40	4,11	6,81	9,09	12,43	15,53	20,72	30,91
2 (обр. сторона)	X	X	X	X	X	X	8,36	X
3	2,07	3,72	6,05	8,09	11,47	14,40	19,35	29,82
3 (обр. сторона)	X	X	X	X	3,33	X	X	X
Примечание					Выпадающие значения образца №1			

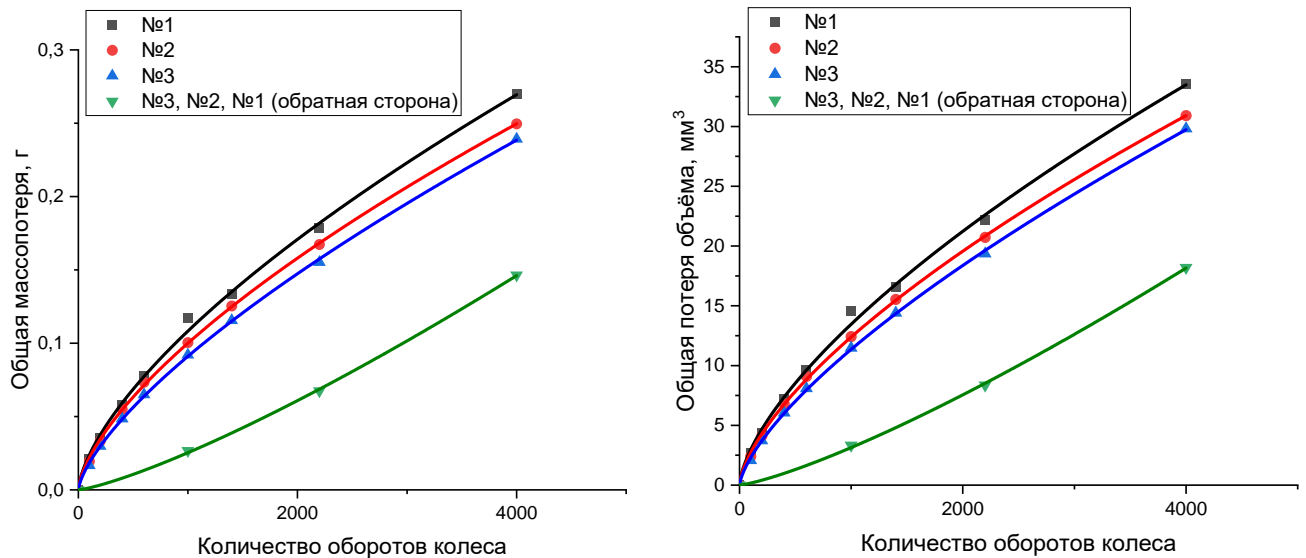


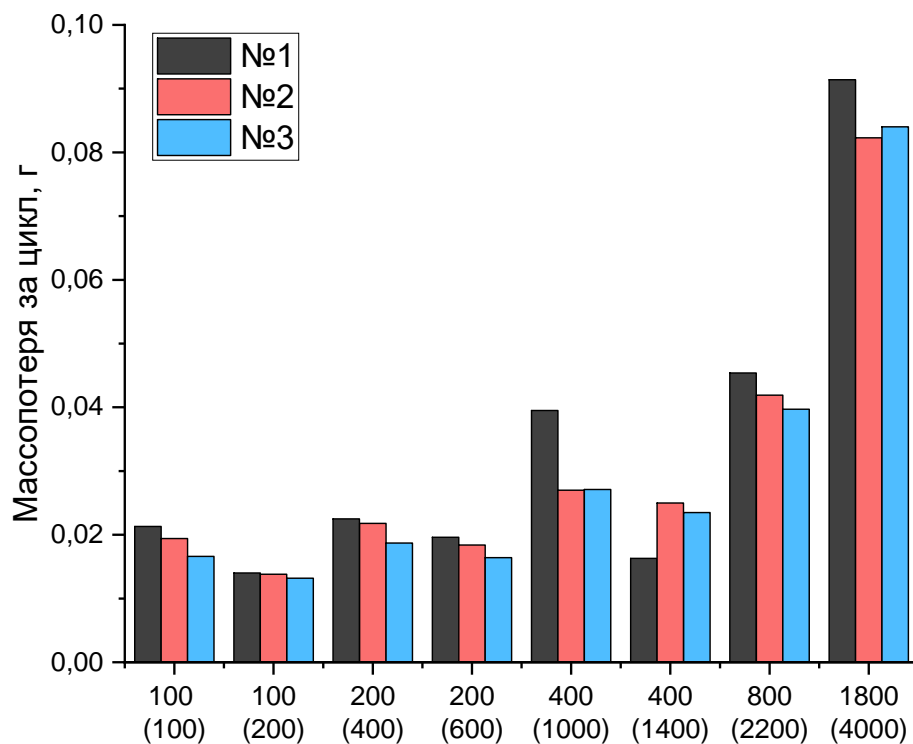
Рисунок 5.7 – Тенденция изменения массы и объёма образцов в течение 4000 оборотов колеса [составлено автором]

Установлено, что характер изнашивания всех трёх образцов в целом сопоставим. К концу испытаний после 4000 оборотов колеса общая массопотеря составила 0,2700 г для образца № 1, 0,2496 г для образца № 2 и 0,2392 г для образца № 3, а потеря объёма – 33,56, 30,91 и 29,82 мм³ соответственно. Усреднённые значения по трём образцам составили около 0,253 г по массе и 31,43 мм³ по объёму, что позволяет рассматривать полученные результаты как близкие по уровню износостойкости. При этом образец № 1 на протяжении испытаний демонстрировал несколько большую интенсивность изнашивания, что, вероятно, связано с локальным выкрашиванием материала.

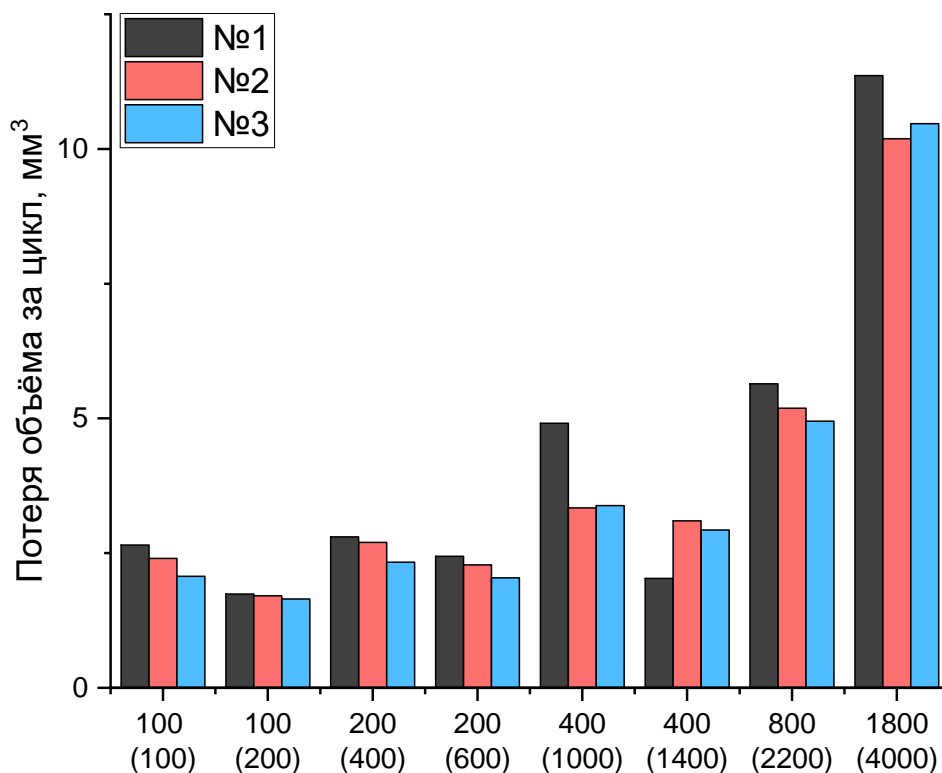
В таблице 5.4 и на рисунке 5.8 приведены данные по массопотере и потере объёма образцов за отдельные интервалы испытаний.

Таблица 5.4 – Результаты оценки массопотери и потери объёма за цикл [составлено автором]

Образец, №	Массопотеря за цикл, г / количество оборотов колеса за цикл (общие обороты)							
	100 (100)	100 (200)	200 (400)	200 (600)	400 (1000)	400 (1400)	800 (2200)	1800 (4000)
1	0,0213	0,014	0,0225	0,0196	0,0395	0,0163	0,0454	0,0914
2	0,0194	0,0138	0,0218	0,0184	0,0270	0,025	0,0419	0,0823
3	0,0166	0,0132	0,0187	0,0164	0,0271	0,0235	0,0397	0,084
Образец, №	Потеря объёма за цикл, мм ³ / количество оборотов колеса за цикл (общие обороты)							
	100 (100)	100 (200)	200 (400)	200 (600)	400 (1000)	400 (1400)	800 (2200)	1800 (4000)
1	2,65	1,74	2,80	2,44	4,91	2,03	5,64	11,36
2	2,40	1,71	2,70	2,28	3,34	3,10	5,19	10,19
3	2,07	1,65	2,33	2,04	3,38	2,93	4,95	10,47
Примечание					Выпадающие наибольшие значения образца №1	Выпадающие наименьшие значения образца №1		



Количество оборотов колеса за цикл (общее количество оборотов)



Количество оборотов колеса за цикл (общее количество оборотов)

Рисунок 5.8 – Массопотеря и потеря объема образцов за цикл испытаний

[составлено автором]

Анализ показывает, что общий характер изменения износа за цикл для всех трёх образцов остаётся близким. Для образца № 1 отмечены выпадающие наибольшее и наименьшее значения на интервалах 600–1000 и 1000–1400 оборотов соответственно, что в отчёте также связывается с вероятным выкрашиванием. В остальном различия между образцами носят ограниченный характер и не меняют общего вывода о сопоставимой стойкости маркировки к абразивному воздействию.

Сравнение изнашивания рабочей и обратной сторон показало, что обратная сторона обладает более высокой стойкостью к истиранию. Так, для обратной стороны образца № 3 после 1000 оборотов массопотеря составила 0,0267 г, для образца № 2 после 2200 оборотов – 0,0675 г, а для образца № 1 после 4000 оборотов – 0,1464 г. Более высокая стойкость обратной стороны, вероятно, обусловлена отсутствием сформированного выпуклого рельефа и меньшей шероховатостью поверхности. Внешний вид рабочей и обратной сторон после испытаний приведён на рисунке 5.9.

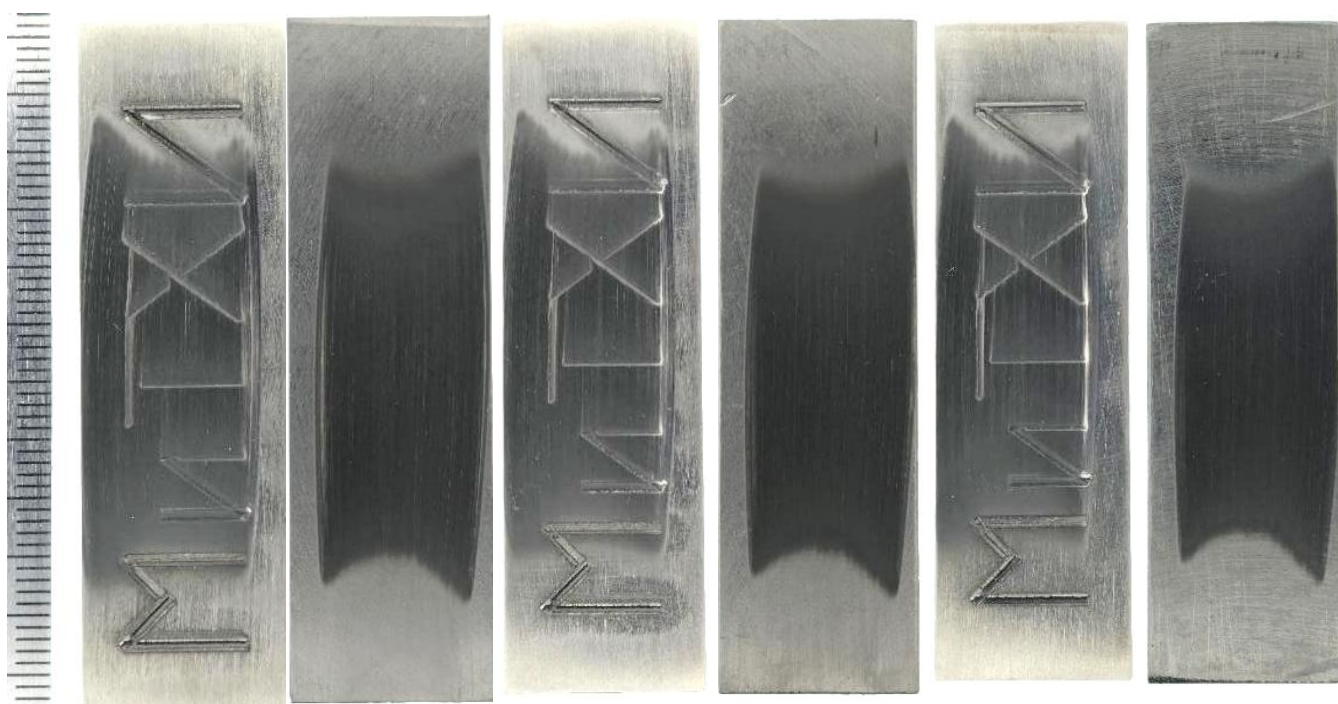


Рисунок 5.9 – Внешний вид рабочей и обратной сторон после испытаний
[составлено автором]

Визуальная оценка показала, что после 4000 оборотов колеса в зоне наиболее интенсивного износа отчётливо сохраняется буква «Т», хотя линия,

параллельная направлению движения колеса, увеличивается по ширине вследствие накопления и протаскивания абразива в углублении. Последовательность изменения внешнего вида букв в зоне износа показана на рисунке 5.10.

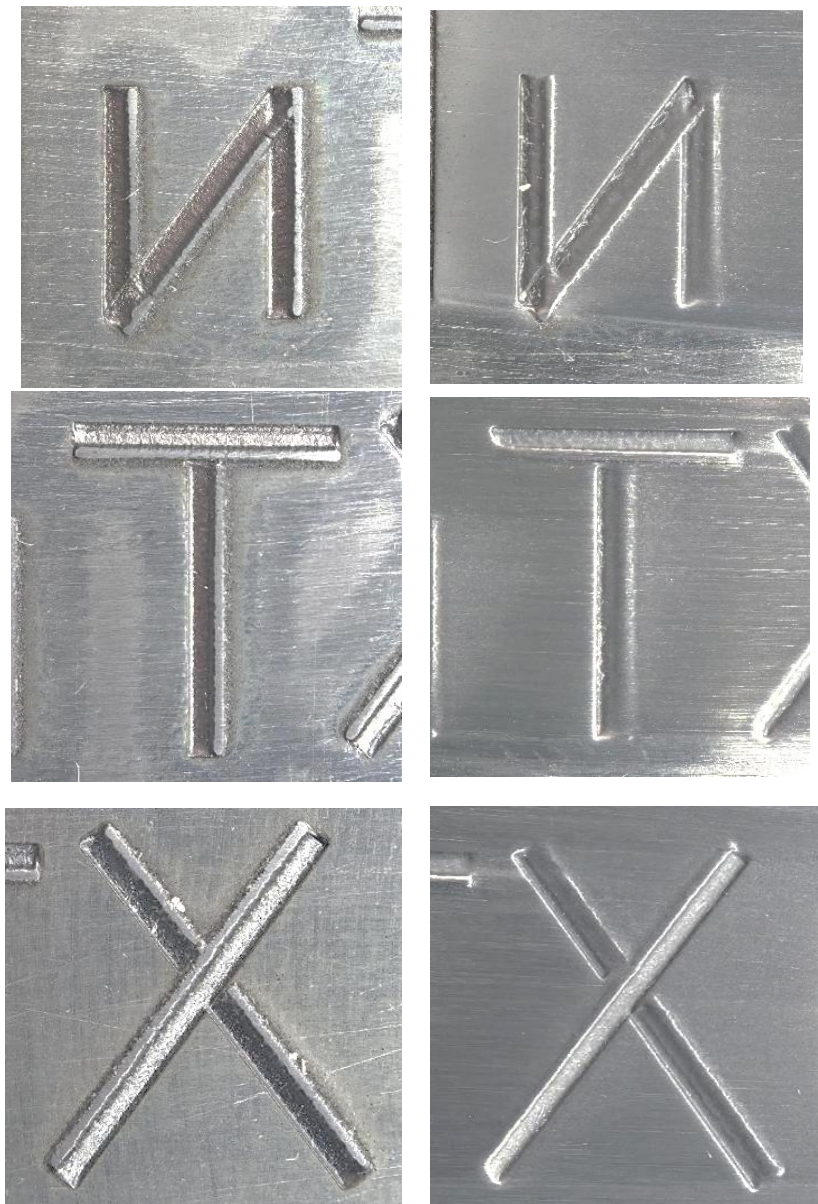


Рисунок 5.10 – Износ до подложки букв «и», «Т» и «Х» [составлено автором]

Установлено, что износ до подложки для буквы «и», расположенной на верхней границе отпечатка, наблюдался после 1000 оборотов колеса, что соответствует пути 718 м. Для букв «Т» и «Х», расположенных в центральной и нижней части отпечатка, выход на подложку фиксировался уже после 600 оборотов, что соответствует пути 431 м. Несмотря на это, в процессе

дальнейшего испытания маркировка сохраняла различимость в зоне износа, прежде всего по центральной букве «Т».

Таким образом, результаты испытаний по ASTM G65 показывают, что лазерная маркировка обладает достаточной стойкостью к абразивному износу и сохраняет идентифицируемость даже после длительного интенсивного воздействия абразива. Все три образца продемонстрировали близкий характер изнашивания, а различия в массопотере и потере объёма оказались сравнительно небольшими. Несмотря на то, что отдельные символы достигают подложки уже на промежуточных стадиях испытания, после полного цикла в 4000 оборотов маркировка остаётся различимой в зоне наиболее интенсивного износа. Следует отметить, что в реальных условиях эксплуатации изделий нефтегазового и криогенного назначения столь интенсивное и непрерывное абразивное воздействие, как в испытаниях по ASTM G65, как правило, отсутствует. В связи с этим сохранение читаемости маркировки даже после такого жёсткого испытательного воздействия свидетельствует о её высокой эксплуатационной стойкости и позволяет рассматривать сформированный выпуклый рельеф как работоспособный для практического применения.

5.3 Выводы по главе 5

По результатам главы 5 выполнена комплексная оценка эксплуатационных свойств лазерной маркировки, сформированной на поверхности стали 12X18H10T, включающая исследование коррозионной стойкости и стойкости к абразивному износу. Показано, что сформированный выпуклый рельеф сохраняет работоспособность в условиях воздействия коррозионных и механических факторов, моделирующих наиболее неблагоприятные эксплуатационные воздействия.

Испытания в камере соляного тумана показали, что после выдержки в течение 240 ч в условиях как нейтрального, так и кислого соляного тумана на поверхности образцов не выявлены продукты коррозии, питтинги и иные признаки деградации. Гравиметрический анализ также не зафиксировал заметной

потери массы. Установлено, что локальные углубления малого диаметра, наблюдаемые вблизи выпуклого рельефа, являются следствием особенностей формирования поверхности при лазерной обработке, а не результатом воздействия коррозионной среды. Таким образом, выбранный способ лазерной маркировки в условиях испытаний проявляет коррозионную нейтральность.

По данным электрохимических исследований установлено, что в зоне лазерной маркировки коррозионная стойкость несколько ниже, чем у основного металла, прежде всего по показателю питтингостойкости. Базис питтингостойкости снижается с 0,665 В для основного металла до в среднем 0,303 В для зоны лазерной обработки, а расчётная скорость коррозии возрастает до 0,002–0,003 мм/год. Вместе с тем полученные значения свидетельствуют о сохранении коррозионной стойкости на достаточном уровне и не указывают на критическое ухудшение состояния поверхности после лазерного воздействия, что согласуется с результатами испытаний в камере соляного тумана.

Испытания по ASTM G65 показали, что лазерная маркировка обладает достаточной стойкостью к абразивному износу и сохраняет читаемость даже после длительного интенсивного воздействия абразива. После 4000 оборотов колеса маркировка оставалась различимой в зоне наиболее интенсивного износа, несмотря на то, что отдельные символы достигали подложки уже на промежуточных стадиях испытаний. Это свидетельствует о высокой эксплуатационной стойкости маркировки, особенно с учётом того, что в реальных условиях эксплуатации изделий нефтегазового и криогенного назначения столь жёсткое и непрерывное абразивное воздействие, как правило, отсутствует.

Таким образом, в главе 5 показано, что сформированная лазерная маркировка на поверхности стали 12Х18Н10Т сочетает достаточную коррозионную стойкость и стойкость к абразивному износу, сохраняя целостность выпуклого рельефа и читаемость маркировки после воздействия агрессивных факторов. Полученные результаты подтверждают возможность практического применения разработанного способа лазерной маркировки для изделий нефтегазового и криогенного назначения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В диссертации предложены новые научно-технологические решения по разработке технологии лазерной обработки, сохраняющей аустенитную структуру, предотвращающей выделение карбидов $Cr_{23}C_6$ по границам зёрен, образование σ -фазы и δ -феррита и обеспечивающей формирование выпуклой рельефной маркировки с требуемым комплексом эксплуатационных свойств на изделиях нефтегазового и криогенного назначения.

По результатам выполнения диссертационной работы сделаны следующие выводы.

1. Проведённый анализ состояния проблемы показал, что при высокотемпературном воздействии на аустенитные стали критически значимыми факторами являются выделение карбидов типа $M_{23}C_6$ по границам зёрен, образование σ -фазы, δ -феррита, приводящие к снижению коррозионной стойкости в зоне воздействия. Показано, что перспективным направлением получения маркировки является использование лазерного воздействия для формирования выпуклого рельефа путем перераспределения расплава.

2. Установлено, что при формировании выпуклого рельефа определяющими параметрами являются энергия одиночного импульса и степень перекрытия импульсов, обеспечивающие плавление без перехода к интенсивной абляции: энергия импульса должна составлять 0,225 мДж, а перекрытие отпечатков импульсов 99,58 %, что обеспечивает устойчивое перераспределение расплава.

3. Получены зависимости высоты формируемого выпуклого рельефа от длины вектора сканирования, расстояния между векторами и от количества циклов обработки, а также взаимного влияния исследуемых факторов. Установлено, что наибольшее влияние на величину высоты формируемого выпуклого рельефа оказывают длина вектора сканирования и количество циклов обработки.

4. Комплекс структурно-фазовых исследований подтвердил сохранение аустенитной структуры в зоне выпуклого рельефа с формированием мелкозернистой (в отдельных зонах – ультрамелкозернистой) структуры.

Отмечены слабоинтенсивные максимумы, соответствующие незначительному количеству оксидных фаз.

5. Доказана возможность применения лазерной обработки для формирования выпуклой рельефной маркировки на поверхности стали 12X18H10T результатами электрохимических исследований и ускоренных коррозионных испытаний в камере соляного тумана, которые не выявили коррозионных дефектов.

6. Испытания по стандарту ASTM G65 показали, что выпуклая рельефная маркировка сохраняет читаемость после абразивного изнашивания. Несмотря на локальное стачивание отдельных вершин рельефа, элементы маркировки остаются различимыми, что свидетельствует о достаточной износостойкости маркировки для выполнения идентификационной функции в условиях эксплуатации нефтегазового и криогенного оборудования.

7. Даны рекомендации по практическому использованию лазерной обработки для получения выпуклой рельефной маркировки на изделиях из стали 12X18H10T и возможному применению лазерной сварки тонкостенных листовых изделий из аустенитных коррозионных сталей.

Перспективой дальнейших исследований является уточнение технологических операций, направленных на формирование сложного совмещённого рельефа с корректной симметрией, повышенной устойчивостью к механическим и ударным воздействиям и улучшенной читаемостью, а также на снижение локальной склонности к питтингообразованию в зоне рельефа. Актуальным также представляется расширение технологии на другие материалы и сплавы, применяемые в нефтегазовой отрасли.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Азаров, В. А. Разработка технологии повышения адгезионной прочности гладкостного хладостойкого фторопластового покрытия магистральных газопроводов : дис. ... канд. техн. наук : 2.6.17 / Азаров Владимир Александрович. – Санкт-Петербург, 2025. – 131 с.
2. Амяга, Д. В. Возможности лазерной обработки при получении выпуклого рельефа на поверхности стальных изделий / Д. В. Амяга, С. А. Вологжанина, В. О. Волох, **Р. М. Хузнахметов**, А. Рамос Веласкес, А. Ф. Иголкин // Перспективные машиностроительные технологии : сборник научных трудов Международной научно-практической конференции, Санкт-Петербург, 21–25 ноября 2022 года. – Санкт-Петербург: ПОЛИТЕХ-ПРЕСС, 2023. – С. 499–505.
3. Амяга, Д. В. Метод выпуклой маркировки поверхности стальных изделий с помощью импульсного инфракрасного волоконного лазера мощностью 50 Вт / Д. В. Амяга, С. Г. Горный, С. А. Вологжанина // Технология металлов. – 2020. – № 6. – С. 27-33. – DOI 10.31044/1684-2499-2020-0-6-27-33.
4. Беляков, А. А. Исследование влияния химического воздействия на считываемость лазерной маркировки на цветных сплавах / А. А. Беляков, Д. А. Кончус // Инновации и перспективы развития горного машиностроения и электромеханики: IPDME-2021 : VIII МЕЖДУНАРОДНАЯ НАУЧНО-ПРАКТИЧЕСКАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ. СБОРНИК ТЕЗИСОВ. СЕКЦИЯ «КРУГЛЫЙ СТОЛ МОЛОДЫХ УЧЕНЫХ», Санкт-Петербург, 22–23 апреля 2021 года. – Санкт-Петербург: Санкт-Петербургский горный университет, 2021. – С. 19-21.
5. Бровер, Г. И. Роль карбидов в формировании структуры и свойств сталей при импульсном лазерном облучении / Г. И. Бровер, Е. Е. Щербакова // Безопасность техногенных и природных систем. – 2023. – Т. 7, № 4. – С. 106-118. – DOI 10.23947/2541-9129-2023-7-4-106-118.
6. Виды прямой маркировки на поверхности. Какой метод выбрать [Электронный ресурс]. – URL: <https://markerprom.ru/obzory/vidy-pryamoу->

markirovki-na-poverkhnosti-kakoy-metod-vybrat/ (дата обращения: 10.04.2026). – Режим доступа: свободный.

7. Влияние режимов сварки и различных источников тока на формирование сварного шва стали 12X18H10T / Р. А. Мамадалиев, В. Н. Кусков, П. В. Бахматов, Д. П. Ильященко // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). – 2018. – Т. 20, № 4. – С. 35-45. – DOI 10.17212/1994-6309-2018-20.4-35-4.

8. Влияние условий эксплуатации на формирование нано- и ультрадисперсных зернограницных дефектов в сварных соединениях / Б. С. Ермаков, С. Б. Ермаков, С. А. Вологжанина, **Р. М. Хузнахметов** // Цветные металлы. – 2023. – № 8. – С. 80-85. – DOI 10.17580/tsm.2023.08.13.

9. Вологжанина, С. А. Влияние лазерного излучения на формирование рельефа и структурно-фазовое состояние поверхностного слоя аустенитной стали 12X18H10T / С. А. Вологжанина, **Р. М. Хузнахметов**, Т. С. Курилова // Материалы Международной научно-практической конференции им. Д. И. Менделеева : сборник статей. В 3 т., Тюмень, 20–22 ноября 2025 года. – Тюмень: Тюменский индустриальный университет, 2025. – С. 197–199.

10. Вологжанина, С. А. Влияние наносекундного лазерного воздействия на процессы в поверхностном слое изделий из аустенитной стали 12X18H10T / С. А. Вологжанина, **Р. М. Хузнахметов**, Т. С. Курилова, М. Р. Смирнова, А. Г. Янусова // Новые технологии и материалы, автоматизация производства (НТиМАП–2025) : сборник статей международной научно-технической конференции, Брест, 30 октября–01 ноября 2025 года. – Брест: БрГТУ, 2025. – С. 234–238.

11. ГОСТ 20018–74 (СТ СЭВ 1253–78, ИСО 3369–75). Сплавы твердые спеченные. Метод определения плотности = Sintered hardmetals. Determination of density : государственный стандарт Союза ССР : издание официальное : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 29 августа 1974 г. № 2097 : дата введения 1976–01–01. – Москва : Издательство стандартов, 1986.

12. ГОСТ 5632–2014. Нержавеющие стали и сплавы коррозионно-стойкие, жаростойкие и жаропрочные. Марки = Stainless steels and corrosion resisting, heat-resisting and creep resisting alloys. Grades : межгосударственный стандарт : издание официальное : введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 24 октября 2014 г. № 1431-ст : взамен ГОСТ 5632–72 : дата введения 2015–01–01 / разработан Техническим комитетом по стандартизации ТК 375 «Металлопродукция из черных металлов и сплавов» на базе ФГУП «ЦНИИчермет им. И. П. Бардина». – Москва : Стандартиформ, 2015. – 57 с.

13. ГОСТ 5639–82 (СТ СЭВ 1959–79). Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна = Steel and alloys. Methods for detection and determination of grain size : государственный стандарт Союза ССР : издание официальное : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 26 августа 1982 г. № 3394 : взамен ГОСТ 5639–65 : дата введения 1983–01–01. – Москва : Издательство стандартов, 1983. – 16 с.

14. ГОСТ 9.308–85 (СТ СЭВ 990–78, СТ СЭВ 1255–78, СТ СЭВ 3627–82, СТ СЭВ 3628–82, СТ СЭВ 3629–82, СТ СЭВ 4235–83). Единая система защиты от коррозии и старения. Покрытия металлические и неметаллические неорганические. Методы ускоренных коррозионных испытаний = Unified system of corrosion and ageing protection. Metal and non-metal inorganic coatings. Procedures for accelerated corrosion tests : государственный стандарт Союза ССР : издание официальное : утвержден Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 ноября 1985 г. № 3761 : взамен ГОСТ 9.012–73 : дата введения 1987–01–01. – 21 с.

15. ГОСТ 9.912–89 (СТ СЭВ 6446–88). Единая система защиты от коррозии и старения. Стали и сплавы коррозионностойкие. Методы ускоренных испытаний на стойкость к питтинговой коррозии = Unified system of corrosion and ageing protection. Corrosion-resistant steels and alloys. Method of accelerated tests for resistance to pitting corrosion : государственный стандарт Союза ССР : издание

официальное : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 25 октября 1989 г. № 3196 : введен впервые : дата введения 1991–01–01. – Москва : Издательство стандартов, 1990. – 19 с.

16. ГОСТ 9450–76 (СТ СЭВ 1195–78). Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников = Measurements microhardness by diamond instruments indentation : государственный стандарт Союза ССР : издание официальное : утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 9 января 1976 г. № 68 : взамен ГОСТ 9450–60 : дата введения 1977–01–01. – Москва : Издательство стандартов, 1993. – 36 с.

17. Инспекционный микроскоп ADF C150 [Электронный ресурс]. – URL: <https://dmicro.ru/catalog/microscopes/pryamye-opticheskie-mikroskopy/inspekcionnyj-mikroskop-adf-c150/> (дата обращения: 05.04.2026). – Режим доступа: свободный.

18. Методика анализа фазового состава конструкционных наноматериалов методом рентгеновской дифрактометрии : свидетельство об аттестации № 01.00225/206-03-2011 от 20.05.2011 г. : регистрационный код ФР.1.31.2011.10209.

19. Микроскоп Axio Observer 3 [Электронный ресурс]. – URL: <https://chimmed.ru/products/mikroskop-axio-observer-id=22408635> (дата обращения: 05.04.2026). – Режим доступа: свободный.

20. МиниМаркер 2 [Электронный ресурс]. – URL: <https://newlaser.ru/ru/oborudovanie/lazernye-sistemy-gravirovki-i-markirovki/sistemyserii-minimarker/> (дата обращения: 10.03.2026) – Режим доступа: свободный.

21. Полирование поверхности изделий из латуни импульсным инфракрасным волоконным лазером / С. А. Вологжанина, Р. М. Хузнахметов, К. Ю. Шахназаров, Амяга Д.В., Рамос-Веласкес А. // Дизайн. Материалы.

Технология. – 2024. – № 4(76). – С. 194-201. – DOI 10.46418/1990-8997_2024_4(76)_194_201.

22. Пряхин, Е. И. Изучение технологических и эксплуатационных особенностей высокотемпературостойких композитных пленок для лазерной маркировки деталей из черных сплавов / Е. И. Пряхин, Е. Ю. Трошина // Черные металлы. – 2023. – № 4. – С. 74-80. – DOI 10.17580/chm.2023.04.12.

23. Рентгеновский дифрактометр Ultima IV [Электронный ресурс]. – URL: <https://deal.by/p172656882-rentgenovskij-difraktometr-ultima.html> (дата обращения: 05.04.2026). – Режим доступа: свободный.

24. Свидетельство о государственной регистрации базы данных № 2024624959 Российская Федерация. База данных теплофизических и оптических параметров металлов для подбора режимов лазерной обработки. Заявка № 2024624795: заявл. 29.10.2024: опубл. 06.11.2024 / С. А. Вологжанина, **Р. М. Хузнахметов**, Б. С. Александрук; заявитель/правообладатель федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II». – 36 КБ.

25. Твердомер Виккерса Durascan 50 G5 [Электронный ресурс]. – URL: <https://all-pribors.ru/opisanie/66017-16-durascan-10-g5-durascan-20-g5-durascan-50-g5-durascan-70-g5-durascan-80-g5> (дата обращения: 05.04.2026). – Режим доступа: свободный.

26. Шахназаров, К. Ю. Объяснение аномалий формирования структуры и физико-механических свойств сталей и сплавов / К. Ю. Шахназаров, С. А. Вологжанина, **Р. М. Хузнахметов** // Информационно-технологический вестник. – 2023. – № 1(35). – С. 196-209.

27. Яровчук, А. В. Электрохимическое поведение и коррозионная стойкость аустенитной стали 12X18H10T после термического и нейтронного воздействия / А. В. Яровчук, О. П. Максимкин, Л. Г. Турубарова // Физика и химия обработки материалов. – 2020. – № 2. – С. 5-15. – DOI 10.30791/0015-3214-2020-2-5-15.

28. A review on steels for cryogenic applications / C. R. Anoop, R. K. Singh, R. R. Kumar [et al.] // *Materials Performance and Characterization*. – 2021. – Vol. 10, No. 2. – DOI 10.1520/MPC20200193.
29. Abedi, H. R. An experimental study of the effects of surface roughness and coating of Cr_2O_3 layer on the laser-forming process / H.R. Abedi, M. Hoseinpour Gollo // *Optics & Laser Technology*. – 2019. – Vol. 109. – pp. 336–347. – DOI: 10.1016/j.optlastec.2018.07.064.
30. Akbari, A. The application of radio-frequency identification (RFID) technology in the petroleum engineering industry: Mixed review / A. Akbari // *Petroleum Research*. – 2025. – Vol. 10, No. 4. – pp. 912-922. – DOI 10.1016/j.ptlrs.2025.05.001.
31. Alkhawaldeh, O. Increasing the efficiency of material removal using dual laser micromachining / O. Alkhawaldeh, J. Coupland, L. C. R. Jones // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. – 2020. – Vol. 107, No. 9-10. – pp. 3995-4007. – DOI 10.1007/s00170-020-05250-9.
32. Amiaga, J. Laser oxide reduction during multipass relief forming on carbon steel surface / J. Amiaga, A. Ramos-Velazquez, S. Vologzhanina // *Optical and Quantum Electronics*. – 2023. – Vol. 55, No. 6. – P. 522. – DOI 10.1007/s11082-023-04688-x.
33. Amiaga, J. V. Development of a fast method for forming Braille on the surface of steels with IR nanosecond pulsed 50 W fiber laser / J. V. Amiaga, S. A. Vologzhanina, S. G. Gorny // *AIP Conference Proceedings, Omsk, 26–29 february 2020 year*. – Omsk, 2020. – P. 040003. – DOI 10.1063/5.0029973.
34. Analyzing the effect of the parameters of laser etching process influencing the corrosion resistance and surface roughness of marine grade 316 stainless steel / A. Korakana, S. Korakana, N. Ulmek, A. K. Pagare // *Materials Today: Proceedings*. – 2019. – Vol. 32. – pp. 452-462. – DOI 10.1016/j.matpr.2020.02.130.
35. Assessment of laser marking contrast with profilometer / A. V. Sivenkov, O. S. Chirkova, D. A. Konchus, E. I. Priahin // *International Conference on Innovations and Prospects of Development of Mining Machinery and Electrical Engineering*,

IPDME 2018 : issue 4. Mining Machines, Technologies of Processing and Transportation, Saint-Petersburg, 12–13 april 2018 year. – Saint-Petersburg: Institute of Physics Publishing, 2018. – P. 042022. – DOI 10.1088/1755-1315/194/4/042022.

36. ASTM B117–26. Standard Practice for Operating Salt Spray (Fog) Apparatus : ASTM standard : approved January 1, 2026 / ASTM International. – West Conshohocken, PA : ASTM International, 2026. – 12 p. – DOI: 10.1520/B0117-26.

37. ASTM G102–23. Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements : ASTM standard / ASTM International. – West Conshohocken, PA : ASTM International, 2023. – 8 p. – DOI: 10.1520/G0102-23.

38. ASTM G59–23. Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements : ASTM standard / ASTM International. – West Conshohocken, PA : ASTM International, 2023. – 4 p. – DOI: 10.1520/G0059-23.

39. ASTM G65–16(2021). Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry Sand/Rubber Wheel Apparatus : ASTM standard / ASTM International. – West Conshohocken, PA : ASTM International, 2021. – 14 p. – DOI: 10.1520/G0065-16R21.

40. Atroshenko, S. A. Influence of combined treatment of the surface layer on the impact resistance of steel / S.A. Atroshenko, D.A. Gerashchenkov, A.V. Kuznetsov [et al.] // *Physics of the Solid State*. – 2024. – Vol. 66, № 2. – pp. 234–247. – DOI: 10.61011/PSS.2024.02.57920.269.

41. Bai, G., Intergranular corrosion behavior associated with delta-ferrite transformation of Ti-modified Super304H austenitic stainless steel / G. Bai, S. Lu, Li. D, Y. Li // *Corrosion Science*. – 2015. – Vol. 90. – pp. 347–358. – DOI: 10.1016/j.corsci.2014.10.031.

42. Blackburn, J. Producing surface features with a 200 W Yb-fibre laser and the Surf-i-Sculpt process / J. Blackburn, P. Hilton // *Physics Procedia*. – 2011. – Vol. 12. – pp. 529–536. – DOI: 10.1016/j.phpro.2011.03.065.

43. Comparative Evaluation of Marking Methods on Cast Parts of Al–Si Alloy with Image Processing / F. Deng, R. Li, S. Klan, W. Volk // *International Journal of*

Metalcasting. – 2021. – Vol. 16. No.3. – pp. 1122–1139. – DOI 10.1007/s40962-021-00661-0.

44. Comparative study on mechanical behavior of low temperature application materials for ships and offshore structures: Part I-Experimental investigations / W. S. Park, M. H. Kim, J. M. Lee [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. – 2011. – Vol. 528, No. 18. – pp. 5790-5803. – DOI 10.1016/j.msea.2011.04.032.

45. Corrosion behavior of metastable AISI 321 austenitic stainless steel: Investigating the effect of grain size and prior plastic deformation on its degradation pattern in saline media / A. A. Tihamiyu, U. Eduok, J. A. Szpunar, A. G. Odeshi // *Scientific Reports*. – 2019. – Vol. 9, No. 1. – P. 12116. – DOI 10.1038/s41598-019-48594-3.

46. Cryogenic austenitic stainless steels: mechanical performance and strengthening mechanisms – a mini review / E. Zhao, J. Gu, C. Chen[et al.] // *Materials Today Communications*. – 2026. – Vol. 51. – Art. 114754. – DOI: 10.1016/j.mtcomm.2026.114754.

47. Crystallographic evaluation of susceptibility to intergranular corrosion in austenitic stainless steel with various degrees of sensitization / T. Fujii, T. Furumoto, K. Tohgo, Y. Shimamura // *Materials*. – 2020. – Vol. 13, No. 3. – P. 613. – DOI 10.3390/ma13030613.

48. Davies, D. P. Characterisation of automated part marking methods for use in helicopter component identification / D.P. Davies, S. Jenkins // *International Journal of Fatigue*. – 2018. – Vol. 110. – pp. 71–80. – DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2018.01.004.

49. Dong, J. Surface Texturing and Wettability Modification by Nanosecond Pulse Laser Ablation of Stainless Steels / J. Dong, Ya. Liu, M. Pacella // *Coatings*. – 2024. – Vol. 14, No. 4. – P. 467. – DOI 10.3390/coatings14040467.

50. Earl, C. Parameter influence on Surfi-Sculpt processing efficiency / C. Earl, P. Hilton, B. O'Neill // *Physics Procedia*. – 2012. – Vol. 39. – pp. 327–335. – DOI: 10.1016/j.phpro.2012.10.045.

51. Earl, C. The dynamics of laser surface modification / C. Earl, J.R. Castrejón-Pita, P.A. Hilton, W. O'Neill // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2016. – Vol. 21. – pp. 214–223. – DOI: 10.1016/j.jmapro.2015.10.002.
52. Easily creating slant microwall arrays by tailoring melt redistribution for directional liquid transportation / Ch. Jia, P. Ming, Yu. Zhang [et al.] // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2025. – Vol. 141. – pp. 389-402. – DOI 10.1016/j.jmapro.2025.03.010.
53. Effect of cryogenic deformation on microstructure and mechanical properties of 304 austenitic stainless steel / P. Mallick, N. K. Tewary, S. K. Ghosh, P. P. Chattopadhyay // *Materials Characterization*. – 2017. – Vol. 133. – pp. 77-86. – DOI 10.1016/j.matchar.2017.09.027.
54. Effect of heat input on the microstructure, residual stresses and corrosion resistance of 304L austenitic stainless steel weldments / R. Unnikrishnan, K.S.N.S. Idury, T.P. Ismail [et al.] // *Materials Characterization*. – 2014. – Vol. 93. – pp. 10–23. – DOI: 10.1016/j.matchar.2014.03.013.
55. Effect of nanosecond pulsed laser parameters on texturing formation of metallic surface: Experiment and modelling / S. Wang, W. Wang, Yu. Xu [et al.] // *Journal of Materials Research and Technology*. – 2023. – Vol. 26. – pp. 7775-7788. – DOI 10.1016/j.jmrt.2023.09.118.
56. Effect of repeated weld-repairs on microstructure, texture, impact properties and corrosion properties of AISI 304L stainless steel / C.-M. Lin, H.-L. Tsai, C.-D. Cheng, C. Yang // *Engineering Failure Analysis*. – 2012. – Vol. 21. – pp. 9–20. – DOI: 10.1016/j.engfailanal.2011.11.014.
57. Effect of the thermal oxide on the stress corrosion cracking susceptibility of stainless steels welds in chloride-containing media / L. De Lima E Silva, N. Ducommun, L. Jubin [et al.] // *Journal of Advanced Joining Processes*. – 2025. – Vol. 12. – P. 100334. – DOI 10.1016/j.jajp.2025.100334.
58. Effect of δ -ferrite on the stress corrosion cracking behavior of 321 stainless steel / J. Wang, H. Su, K. [et al.] // *Corrosion Science*. – 2019. – Vol. 158. – Art. 108079. – DOI: 10.1016/j.corsci.2019.07.005

59. Effect of σ -Phase on the Strength, Stress Relaxation Behavior, and Corrosion Resistance of an Ultrafine-Grained Austenitic Steel AISI 321 / V. I. Kopylov, A. V. Nokhrin, N. A. Kozlova [et al.] // *Metals*. – 2023. – Vol. 13, No. 1. – P. 45. – DOI 10.3390/met13010045.
60. Effects of thermal aging on the stress corrosion cracking behavior of cast stainless steel with different δ -ferrite levels in high temperature water environment / W. F. Lu, J. Yu. Huang, T. Yu. Yung [et al.] // *Journal of Nuclear Materials*. – 2022. – Vol. 568. – P. 153900. – DOI 10.1016/j.jnucmat.2022.153900.
61. Eiselen, S. The role of temporal energy input in laser micro machining using nanosecond pulses / S. Eiselen, D. Wu, P. Galarneau, M. Schmidt // *Physics Procedia*. – 2013. – Vol. 41. – pp. 683–688. – DOI: 10.1016/j.phpro.2013.03.133.
62. Electrochemical Analysis on Intergranular Corrosion of Austenitic Stainless Steel Weld in Molten Nitrate Salt / N. Kanjanaprayut, T. Siripongsakul, P. Wiman [et al.] // *Metals*. – 2024. – Vol. 14, No. 11. – P. 1284. – DOI 10.3390/met14111284.
63. EN 13445-4:2021+A1:2023. Unfired pressure vessels – Part 4: Fabrication. – Brussels : European Committee for Standardization, 2023.
64. Eres-Castellanos, A. Future trends on displacive stress and strain induced transformations in steels / A. Eres-Castellanos, C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero // *Metals*. – 2021. – Vol. 11, № 2. – Art. 299. – DOI: 10.3390/met11020299.
65. Experimental investigation and mathematical modeling of laser marking two-dimensional barcodes on surfaces of aluminum alloy / J. Li, C. Lu, A. Wang [et al.] // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2016. – Vol. 21. – pp. 141–152. – DOI: 10.1016/j.jmapro.2015.12.007.
66. Experimental investigation and optimisation of laser direct part marking of Inconel 718 / C. Leone, E. Bassoli, A. Gatto, S. Genna // *Optics and Lasers in Engineering*. – 2018. – Vol. 111. – pp. 154-166. – DOI 10.1016/j.optlaseng.2018.08.004.
67. Experimental investigation on a new hybrid laser process for surface structuring by vapor pressure on Ti6Al4V / A. Temmler, D. M. Liu, J. B. Luo [et al.] //

Journal of Materials Processing Technology. – 2020. – Vol. 277. – P. 116450. – DOI 10.1016/j.jmatprotec.2019.116450.

68. Explosive boiling of metals upon irradiation by a nanosecond laser pulse / V. I. Mazhukin, M. M. Demin, A. V. Shapranov, A. A. Samokhin // Quantum Electronics. – 2014. – Vol. 44, No. 4. – pp. 283-285. – DOI 10.1070/QE2014v044n04ABEH015388.

69. Fujii, T. Susceptibility to intergranular corrosion in sensitized austenitic stainless steels: crystallographic characteristics of grain boundaries / T. Fujii, M. Suzuki, Y. Shimamura // Corrosion Science. – 2022. – Vol. 195. – Art. 109946. – DOI: 10.1016/j.corsci.2021.109946.

70. Groove formation on metal substrates by nanosecond laser removal of melted material / J. V. Amiaga, S. A. Vologzhanina, A. Ramos-Velazquez [et al.] // Metals. – 2021. – Vol. 11, No. 12. – P. 2026. – DOI 10.3390/met11122026.

71. Hendow, S.T. Structuring materials with nanosecond laser pulses / S.T. Hendow, S.A. Shakir // Optics Express. – 2010. – Vol. 18, № 10. – pp. 10188–10199. – DOI: 10.1364/OE.18.010188.

72. Influence of femtosecond laser marking on the corrosion resistance of stainless steels / S. Valette, P. Steyer, L. Richard [et al.] // Applied Surface Science. – 2006. – Vol. 252, No. 13 SPEC. ISS.. – pp. 4696-4701. – DOI 10.1016/j.apsusc.2005.07.161.

73. Influence of Heat Treatment Temperature on Microstructure, Hardness and Sensitization of UNS S32205 Duplex Stainless Steel / P. V. C. A. Quadros, J. J. K. Ribeiro, B. C. E. Schibicheski Kurelo [et al.] // Materials. – 2024. – Vol. 17, No. 19. – P. 4715. – DOI 10.3390/ma17194715.

74. Influence of Higher Stabilization Temperatures on the Microstructure and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steel 08Ch18N10T / T. Janda, Š. Jeníček, L. Kučerová [et al.] // Metals. – 2023. – Vol. 13, No. 5. – P. 975. – DOI 10.3390/met13050975.

75. Influence of laser exposure on the processes occurring in a surface layer of austenitic steel products / S. A. Vologzhanina, **R. M. Khuznakhmetov**, J. V. Amyaga,

Zhdanova, E.Yu., Ramos-Velazquez, A. // CIS Iron and Steel Review. – 2025. – Vol. 30. – pp. 52-58. – DOI 10.17580/cisr.2025.02.09.

76. Influence of Laser Marking on Microstructure and Corrosion Performance of Martensitic Stainless Steel Surfaces for Biomedical Applications / N. G. Henriksen, O. Z. Andersen, M. S. Jellesen [et al.] // Journal of Heat Treatment and Materials. – 2022. – Vol. 77, No. 3. – pp. 177-196. – DOI 10.1515/htm-2022-1010.

77. Influence of power density and frequency of the process of laser marking of steel products / L. Lazov, E. Teirumnieks, Ts. Karadzhev, N. Angelov // Infrared Physics & Technology. – 2021. – Vol. 116. – P. 103783. – DOI 10.1016/j.infrared.2021.103783.

78. ISO 20421-1:2019. Cryogenic vessels – Large transportable vacuum-insulated vessels – Part 1: Design, fabrication, inspection and tests. – Geneva : International Organization for Standardization, 2019.

79. ISO 20421-2:2017. Cryogenic vessels – Large transportable vacuum-insulated vessels – Part 2: Operational requirements. – Geneva : International Organization for Standardization, 2017.

80. ISO 3183:2019. Petroleum and natural gas industries – Steel pipe for pipeline transportation systems. – Geneva : International Organization for Standardization, 2019.

81. Konchus, D. A. Structural variations on the surface of metallic products at laser marking / D. A. Konchus, E. I. Pryakhin, A. V. Sivenkov // CIS Iron and Steel Review. – 2021. – Vol. 22. – pp. 96-101. – DOI 10.17580/cisr.2021.02.18.

82. Krishnan, A. Review on mechanism and process of surface polishing using lasers / A. Krishan, F. Fang // Frontiers of Mechanical Engineering. – 2019. – Vol. 14, № 3. – pp. 299–319. – DOI: 10.1007/s11465-019-0535-0.

83. Kučera, M. Influence of laser marking on stainless steel surface and corrosion resistance / M. Kučera, M. Švantner, E. Smazalová // Metal 2014 23rd International Conference on Metallurgy and Materials Conference Proceeding. – pp. 890–895.

84. Kučera, M. Time-resolved temperature measurement during laser marking of stainless steel / M. Kučera, J. Martan, A. Franc // *International Journal of Heat and Mass Transfer*. – 2018. – Vol. 125. – pp. 1061-1068. – DOI 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.04.137.

85. Laser Marking of Titanium Coating for Aerospace Applications / C. Velotti, A. Astarita, C. Leone [et al.] // *Research and Innovation in Manufacturing: Key Enabling Technologies for the Factories of the Future - Proceedings of the 48th CIRP Conference on Manufacturing Systems* : 48, Ischia, 24–26 june 2015 year. – Ischia, 2016. – pp. 975-980. – DOI 10.1016/j.procir.2016.01.006.

86. Laser polishing of tool steel with CO2 laser and high-power diode laser / E. Ukar, A. Lamikiz, L. N. López De Lacalle [et al.] // *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. – 2010. – Vol. 50, No. 1. – pp. 115-125. – DOI 10.1016/j.ijmachtools.2009.09.003.

87. Li, X. Theoretical fundamentals of short pulse laser-metal interaction: A review / X. Li, Y. Guan // *Nanotechnology and Precision Engineering*. – 2020. – Vol. 3, No. 3. – pp. 105-125. – DOI 10.1016/j.npe.2020.08.001.

88. Manhabosco, S. M. Localized corrosion of laser marked M340 martensitic stainless steel for biomedical applications studied by the scanning vibrating electrode technique under polarization / S.M. Manhabosco, A. Pritzel Dos Santos, M.L. Marcolin [et al.] // *Electrochimica Acta*. – 2016. – Vol. 200. – pp. 189–196. – DOI: 10.1016/j.electacta.2016.03.178

89. McHenry, H. I. The properties of austenitic stainless steel at cryogenic temperatures // *Stainless Steels at Low Temperatures*. – Boston, MA : Springer, 1983. – pp. 3–38. – DOI: 10.1007/978-1-4613-3730-0_1.

90. Metal ablation with short and ultrashort laser pulses / K. H. Leitz, B. Redlingshöer, A. Otto [et al.] // *Lasers in Manufacturing 2011 - Proceedings of the Sixth International WLT Conference on Lasers in Manufacturing, Munich, 23–26 may 2011 year*. – Munich, 2011. – pp. 230-238. – DOI 10.1016/j.phpro.2011.03.128.

91. Metastable austenitic steel structure and mechanical properties evolution in the process of cold radial forging / D. Panov, Y. Simonov, A. Pertsev [et al.] // *Materials*. – 2019. – Vol. 12, No. 13. – P. 2058. – DOI 10.3390/ma12132058.
92. Microstructure and corrosion behavior of multipass gas tungsten arc welded 304L stainless steel / G.R. Mirshekari, E. Tavakoli, M. Atapour, B. Sadeghian // *Materials & Design*. – 2014. – Vol. 55. – pp. 905–911. – DOI: 10.1016/j.matdes.2013.10.064.
93. Montanini, R. Active thermography and post-processing image enhancement for recovering of abraded and paint-covered alphanumeric identification marks / R. Montanini, A. Quattrocchi, S.A. Piccolo // *Infrared Physics & Technology*. – 2016. – Vol. 78. – pp. 24–30. – DOI: 10.1016/j.infrared.2016.07.008
94. Morphology modelling and validation in nanosecond pulsed laser ablation of metallic materials / Ya. Wang, M. Zhang, Y. Dong [et al.] // *Precision Engineering*. – 2023. – Vol. 79. – pp. 34-42. – DOI 10.1016/j.precisioneng.2022.08.010.
95. Morshed-Behbahani, K. An electrochemical study on the effect of stabilization and sensitization heat treatments on the intergranular corrosion behaviour of AISI 321H austenitic stainless steel / K. Morshed-Behbahani, P. Najafisayar, M. Pakshir, M. Shahsavari // *Corrosion Science*. – 2018. – Vol. 138. – pp. 28–41. – DOI: 10.1016/j.corsci.2018.03.043.
96. Nanosecond laser coloration on stainless steel surface / Y. Lu, X. Shi, M. Huttula [et al.] // *Scientific Reports*. – 2017. – Vol. 7, No. 1. – P. 7092. – DOI 10.1038/s41598-017-07373-8.
97. Nanosecond pulsed laser processing turns engineering metal alloys antireflective and superwicking / A. Samanta, Q. Wang, G. Singh [et al.] // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2020. – Vol. 54. – pp. 28-37. – DOI 10.1016/j.jmapro.2020.02.029.
98. Ng, T. W. Aesthetic laser marking assessment using luminance ratios / T. W. Ng, S. C. Yeo // *Optics and Lasers in Engineering*. – 2001. – Vol. 35, No. 3. – pp. 177-186. – DOI 10.1016/S0143-8166(01)00005-7

99. Numerical analysis of melt flow shaping by means of beam shaping and its effect on the thermal efficiency in laser welding / J. Wagner, Ch. Hagenlocher, M. Sawanna [et al.] // *Procedia CIRP*. – 2024. – Vol. 124. – pp. 574-578. – DOI 10.1016/j.procir.2024.08.177.

100. Ogrodnik, P.J. The effects of laser marking and symbol etching on the fatigue life of medical devices / P.J. Ogrodnik, C. Moorcroft, P. Wardle // *Journal of Medical Engineering*. – 2013. – Vol. 2013. – Art. 570354. – DOI: 10.1155/2013/570354.

101. Pan, J. H. Research on weld cracking of TP321H stainless steel pipeline under elevated temperature / J.H. Pan, Z.C. Fan, N.S. Zong // *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. – 2016. – Vol. 148. – pp. 1–8. – DOI: 10.1016/j.ijpvp.2016.10.004.

102. Pandey, M. Parametric analysis on fiber laser marking characteristics for generation of square shaped marked surface on stainless steel 304 / M. Pandey, B. Doloi // *Materials Today: Proceedings*. – 2022. – Vol. 56. – pp. 1908-1913. – DOI 10.1016/j.matpr.2021.11.169.

103. Pfefferkorn, F. E. Controlling surface topography using pulsed laser micro structuring / F.E. Pfefferkorn, J.D. Morrow // *CIRP Annals Manufacturing Technology*. – 2017. – Vol. 66, № 1. – pp. 241–244. – DOI: 10.1016/j.cirp.2017.04.138.

104. Pieretti, E. F. Assessment of the Surface Characteristics of ISO 5832-1 Stainless Steel for Biomaterial Applications / E. F. Pieretti, D. Piaggio, I. Costa // *Materials*. – 2025. – Vol. 18, No. 17. – P. 4020. – DOI 10.3390/ma18174020.

105. Pieretti, E. F. Influence of Laser Marks on the Electrochemical Behaviour of the ASTM F139 Stainless Steel for Biomedical Application / E.F. Pieretti, M.D.M. das Neves // *International Journal of Electrochemical Science*. – 2016. – Vol.11, №.5 – pp.3532–3541. – DOI: 10.1016/s1452-3981(23)17417-7

106. Pieretti, E. F. Localized corrosion evaluation of the ASTM F139 stainless steel marked by laser using scanning vibrating electrode technique, X-ray photoelectron spectroscopy and Mott-Schottky techniques / E.F. Pieretti, S.M. Manhabosco, L.F.P.

Dick [et al.] // *Electrochimica Acta*. – 2014. – Vol. 124. – pp. 150–155. – DOI: 10.1016/j.electacta.2013.10.137

107. Pulsed laser micro polishing: Surface prediction model / M. Vadali, C. Ma, N. A. Duffie [et al.] // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2012. – Vol. 14, No. 3. – pp. 307-315. – DOI 10.1016/j.jmapro.2012.03.001.

108. Reg, Y. Experimental studies on effects at micro-structuring of highly reflecting metals using nano- and picosecond-lasers / Y. Reg, C. Kägeler, M. Schmidt // *Physics Procedia*. – 2010. – Vol. 5. – pp. 245–253. – DOI: 10.1016/j.phpro.2010.08.143.

109. Research progress on the relationship between hot deformation behavior, dynamic recrystallization and microstructure evolution of AISI 321 stainless steel / Z. Huang, J. Zhang, Z. Ma [et al.] // *Applied Sciences*. – 2024. – Vol. 14, № 22. – Art. 10196. – DOI: 10.3390/app142210196.

110. Rezayat, M. Nanosecond multi-passes laser surface texturing on AISI 301LN TRIP steel / M. Rezayat, M. Moradi, A. Mateo // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. – 2024. – Vol. 132, № 9-10 – pp.4753-4764 – DOI 10.1007/s00170-024-13638-0.

111. Rezayat, M. Phase transformation and residual stresses after laser surface modification of metastable austenitic stainless steel / M. Rezayat, J. J. R. Rovira, A. M. García // *AIP Conference Proceedings*. – 2023. – Vol. 2848 – Art. 020005. – DOI: 10.1063/5.0145063.

112. Rhouma, A. B. Correlation between microstructure and intergranular corrosion behavior of low delta-ferrite content AISI 316L aged in the range 550-700 C / A. Ben Rhouma, T. Amadou, H. Sidhom, C. Braham // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2017. – Vol. 708. – pp. 871–886. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2017.02.273.

113. Room and high-temperature tensile properties of austenitic stainless steel 321 fabricated by wire arc additive manufacturing / A. R. Kannan, N. S. Shanmugam, K. Sanjeevprakash [et al.] // *Journal of Materials Research and Technology*. – 2025. – Vol. 36. – pp. 3996-4004. – DOI 10.1016/j.jmrt.2025.04.084.

114. Scanning Electron Microscope MIRA3 [Электронный ресурс]. – URL: <https://ae.kompass.com/p/tescan-brno-s-r-o/cz017775/scanning-electron-microscope-mira3/4e847e5f-dc79-4b44-a29d-79617c8c6d92/> (дата обращения: 05.04.2026). – Режим доступа: свободный.

115. Shape deviation of surface structures produced by waveshape (Structuring by laser remelting) on ti6al4v and a method for deviation reduction / O. Oreshkin, A. Platonov, D. Panov [et al.] // *Micromachines*. – 2021. – Vol. 12, No. 4. – P.367 – DOI 10.3390/mi12040367.

116. Shin, H. S. Analysis of machining characteristics in electrochemical etching using laser masking / H.S. Shin, D.K. Chung, M.S. Park, C.N. Chu // *Applied Surface Science*. – 2011. – Vol. 258, № 5. – pp. 1689–1698. – DOI: 10.1016/j.apsusc.2011.10.010.

117. Shin, H. S. Electrochemical etching using laser masking for multilayered structures on stainless steel / H.S. Shin, E.S. Lee, C.N. Chu // *CIRP Annals Manufacturing Technology*. – 2010. – Vol. 59, № 1. – pp. 585–588. – DOI: 10.1016/j.cirp.2010.03.134.

118. Sigma phase precipitation and growth in solution annealed 321 stainless steel during thermal aging: Effects on toughness & intergranular corrosion / S. K. Bonagani, K. Chandra, K. V. Ravikanth [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. – 2023. – Vol. 888. – P. 145763. – DOI 10.1016/j.msea.2023.145763.

119. Skoczeń, B. Properties of austenitic stainless steels at cryogenic temperatures // *Compensation Systems for Low Temperature Applications*. – Berlin ; Heidelberg : Springer, 2004. – pp. 65–75. – DOI: 10.1007/978-3-662-06305-7_3.

120. Specific features of metal surface processing by nanosecond laser pulse trains / S. G. Gornyi, A. M. Grigor'ev, M. I. Patrov [et al.] // *Quantum Electronics*. – 2002. – Vol. 32, No. 10. – pp. 929-932. – DOI 10.1070/QE2002v032n10ABEH002320.

121. Statistical Modeling and Characterization of Laser Marking on AISI 301LN Stainless Steel Using Short-Pulsed Fiber Laser / M. Rezayat, M. Karamimoghadam, N. Contuzzi [et al.] // *Metals*. – 2025. – Vol. 15, No. 5. – P. 519. – DOI 10.3390/met15050519.

122. Study of repair welding on microstructure, mechanical properties and corrosion resistance of dissimilar welded joints of SUS304 and Q345B steel / Q. Shao, Yu. Shi, X. Wang [et al.] // *Journal of Materials Research and Technology*. – 2023. – Vol. 23. – pp. 4173-4189. – DOI 10.1016/j.jmrt.2023.02.061.

123. Study on the mechanism of surface topography evolution in melting and transition regimes of laser polishing / J. Xu, P. Zou, W. Wang, Di. Kang // *Optics & Laser Technology*. – 2021. – Vol. 139. – P. 106947. – DOI 10.1016/j.optlastec.2021.106947.

124. Surface morphology evolution mechanisms of laser polishing in ambient gas / W. Wang, P. Zou, J. Xu, K. F. Ehmann // *International Journal of Mechanical Sciences*. – 2023. – Vol. 250. – P. 108302. – DOI 10.1016/j.ijmecsci.2023.108302.

125. Švantner, M. Thermal effects of laser marking on microstructure and corrosion properties of stainless steel / M. Švantner, M. Kučera, E. Smazalová [et al.] // *Applied Optics*. – 2016. – Vol. 55, № 34. – pp. D35–D45. – DOI: 10.1364/AO.55.000D35.

126. Temmler, A. Design surfaces by laser remelting / A. Temmler, E. Willenborg, K. Wissenbach // *Physics Procedia*. – 2011. – Vol. 12. – pp. 419–430. – DOI: 10.1016/j.phpro.2011.03.053.

127. Temmler, A. Design surfaces by laser remelting: Designoberflächen durch Laserumschmelzen / A. Temmler, E. Wissenbach, K. Wissenbach // *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*. – 2015. – Vol. 46, № 7. – pp. 692–703. – DOI: 10.1002/mawe.201500345.

128. Temmler, A. Investigation on the mechanism of surface structure formation during laser remelting with modulated laser power on tool steel H11 / A. Temmler, N. Pirch // *Applied Surface Science*. – 2020. – Vol. 526. – P. 146393. – DOI 10.1016/j.apsusc.2020.146393.

129. Temmler, A. Numerical and experimental investigation on formation of surface structures in laser remelting for additive-manufactured Inconel 718 / A. Temmler, N. Pirch, J. Luo [et al.] // *Surface and Coatings Technology*. – 2020. – Vol. 403. – Art. 126370. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2020.126370.

130. Temmler, A. Surface structuring by laser remelting of metals / A. Temmler, M. Küpper, M.A. Walochnik [et al.] // *Journal of Laser Applications*. – 2017. – Vol. 29, № 1. – Art. 012015. – DOI: 10.2351/1.4972414.

131. Temmler, A. Surface structuring by remelting of titanium alloy Ti6Al4V / A. Temmler, M.A. Walochnik, E. Willenborg, K. Wissenbach // *Journal of Laser Applications*. – 2015. – Vol. 27, Suppl. 2. – Art. S29103. – DOI: 10.2351/1.4906387.

132. The effect of repeated repair welding on mechanical and corrosion properties of stainless steel 316L / I. AghaAli, M. Farzam, M. A. Golozar, I. Danaee // *Materials & Design*. – 2014. – Vol. 54. – pp. 331–341. – DOI: 10.1016/j.matdes.2013.08.052.

133. The influence of the processing parameters on the laser ablation of steel and brass using a nanosecond fibre laser / L. Hribar, P. Gregorčič, M. Senegačnik, M. [et al.] // *Nanomaterials*. – 2022. – Vol. 12, № 2. – Art. 232. – DOI: 10.3390/nano12020232.

134. The peculiarities of ablation and deposition of brass by nanosecond laser pulses at the LIBT-scheme / A. Ramos-Velazquez, J. Amiaga, V. Veiko, **R. Khuznakhmetov**, D. Polyakov // *Optics & Laser Technology*. – 2025. – Vol. 181. – P. 112006. – DOI 10.1016/j.optlastec.2024.112006.

135. Theoretical and experimental study of bulge formation in laser polishing of 304 stainless steel / J. Xu, P. Zou, Di. Kang, W. Wang // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2021. – Vol. 66. – pp. 39-52. – DOI 10.1016/j.jmapro.2021.03.059.

136. Toppo, A. Pitting and stress corrosion cracking studies on AISI type 316N stainless steel weldments / A. Toppo, M. G. Pujar, N. Sreevidya, J. Philip // *Defence Technology*. – 2018. – Vol. 14, № 3. – pp. 226–237. – DOI: 10.1016/j.dt.2018.03.004.

137. Trigwell, S. Effects of welding on the passive oxide film of electropolished 316L stainless steel / S. Trigwell, G. Selvaduray // *Journal of Materials Processing Technology*. – 2005. – Vol. 166, № 1. – pp. 30–43. – DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2004.07.091.

138. Uno, H. Effect of Nb on intergranular precipitation behavior of Cr carbides in N-bearing austenitic stainless steels / H. Uno, T. Uesugi, Y. Takahashi // *Corrosion*. – 1992. – Vol. 48, № 6. – pp. 467–474. – DOI: 10.5006/1.3315962.
139. Veiko, V. P. Availability of methods of chemical thermodynamics and kinetics for the analysis of chemical transformations on metal surfaces under pulsed laser action / V. P. Veiko, A. A. Slobodov, G. V. Odintsova // *Laser Physics*. – 2013. – Vol. 23, No. 6. – P. 066001. – DOI 10.1088/1054-660X/23/6/066001.
140. Volpp, J. Laser light absorption of high-temperature metal surfaces / J. Volpp // *Heliyon*. – 2023. – Vol. 9, No. 10. – P. e21021. – DOI 10.1016/j.heliyon.2023.e21021.
141. Wang, X. Effect of forming parameters on electron beam Surfi-Sculpt protrusion for Ti–6Al–4V / X. Wang, J. Ahn, Q. Bai [et al.] // *Materials & Design*. – 2015. – Vol. 76. – pp. 202–206. – DOI: 10.1016/j.matdes.2015.03.065.
142. Xiong, J. The corrosion behaviors of stainless steel weldments in sodium chloride solution observed using a novel electrochemical measurement approach / Xiong J., M.Y. Tan, M. Forsyth // *Desalination*. – 2013. – Vol. 327. – pp. 39–45. – DOI: 10.1016/j.desal.2013.08.006.
143. Xu, J. Research on the formation mechanism of the surface structure in transition regime of laser polishing 304 stainless steel / J. Xu, P. Zou, D. Kang [et al.] // *Optics & Laser Technology*. – 2022. – Vol. 149. – Art. 107906. – DOI: 10.1016/j.optlastec.2022.107906.
144. Yuan, B.-S. The effect of spot size combination mode on ablation morphology of aluminum alloy by millisecond–nanosecond combined-pulse laser / B.-S. Yuan, Y. Zhang, W. Zhang [et al.] // *Materials*. – 2018. – Vol. 11, № 8. – Art. 1419. – DOI: 10.3390/ma11081419.
145. Zhang, Z. Suppression of shrinkage porosity in laser-joining of CFRP and steel using a laser surface modification process Surfi-Sculpt® / Z. Zhang, X.-H. Tan, J. Zhang, J.-G. Shan // *International Journal of Adhesion and Adhesives*. – 2018. – Vol. 85. – pp. 184–192. – DOI: 10.1016/j.ijadhadh.2018.06.013.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

Свидетельство о государственной регистрации базы данных

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации базы данных

№ 2024624959

**База данных теплофизических и оптических параметров
металлов для подбора режимов лазерной обработки**

Правообладатель: *Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Санкт-Петербургский горный университет
императрицы Екатерины II» (RU)*

Авторы: *Вологжанина Светлана Антониновна (RU),
Хузнахметов Руслан Маратович (KG), Александрук
Богдан Сергеевич (RU)*

Заявка № 2024624795

Дата поступления 29 октября 2024 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре баз данных 06 ноября 2024 г.



Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Ю.С. Зубов

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

Акт о внедрении результатов исследования



ЛАЗЕРНЫЙ ЦЕНТР

newlaser.ru

ООО «Лазерный Центр»
195067, г. Санкт-Петербург, вн. тер. г. муниципальный округ Полюстрово,
ул. Маршала Тухачевского, д. 22, литера А, офис 231

Тел: (812) 326 - 7892, 240 - 5060
Тел: (800) 555 - 5620 - звонок по России бесплатный
E-mail: info@newlaser.ru

Утверждаю

Генеральный директор
ООО «Лазерный Центр»

 С.Г. Горный

Дата «  » 2025 г.



АКТ

о внедрении результатов
кандидатской диссертации

Хузнахметова Руслана Маратовича соискателя ученой степени по научной специальности
2.6.17. Материаловедение

Рабочая комиссия в составе:

Председатель: руководитель отдела поддержки и технологий, к.т.н. Васильев Олег Сергеевич;

Члены комиссии: инженер-технолог, к.т.н. Рамос Веласкес Алехандро, инженер-технолог, к.т.н. Жданова Елена Юрьевна,

составили настоящий акт о том, что результаты диссертации на тему «Влияние режима лазерной обработки на фазовые превращения в поверхностном слое материалов нефтегазового оборудования», представленной на соискание ученой степени кандидата наук, могут быть использованы в производственной деятельности ООО «Лазерный Центр» при маркировке оборудования и изделий в виде рекомендаций по параметрам лазерной обработки коррозионностойкой стали марки 12X18H10T.

Использование указанных результатов позволяет сократить финансовые и временные затраты на проведение работ в рамках системы защиты от фальсификаций и контрафакта.

Оценка результатов диссертации произведена 12.05.2025.

Председатель комиссии

Руководитель отдела поддержки и технологий



Васильев О.С.

Члены комиссии:

Инженер-технолог




Рамос Веласкес А.

Инженер-технолог

Жданова Е.Ю.