

conditions of the first and second kind with the subsequent application of the Fourier method. In the paper, formulas were obtained for determining the rock pressure per drill pipe for various types of stuck. Recommendations are formulated to reduce friction due to the use of vibration devices. As a result, dependencies were obtained, which allowed using the results of geophysical research in the well, to evaluate the effectiveness of the use of vibration devices for the elimination of accidents during drilling, without breaking the strength of the pipes. The author conducted an analysis of the influence of low frequency oscillations on the coefficient of friction of drill pipes on the wall of the well when disturbing transverse vibrations. The recommendations on the selection of frequency and amplitude of disturbing force that will free stuck pipe column and prevent their destruction.

Keywords: wave equation, elimination of stuck, vibrator, sticking forces, transverse oscillations, well oscillator.

Одержано редакцією 09.10.2017

Прийнято до друку 05.11.2017

УДК 539.219.3

PACS 66.30.-h6, 81.20.Ev

Я.Д. Король, Csaba Cserhati, Gergő Vecsei, В.М. Тютенко

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНЕ ВИВЧЕННЯ РОЗПАДУ СПЛАВІВ AL-ZN ПІД ВПЛИВОМ ТЕМПЕРАТУРНИХ РЕЖИМІВ І ДЕФОРМАЦІЇ

Методами рентгеноструктурного аналізу та електронної скануючої мікроскопії вивчено еволюцію фазового складу та морфології сплавів Al-Zn під дією пластичної деформації, тривалої витримки при кімнатній температурі та при охолодженні з різною швидкістю. Показано, що на певних стадіях природнього старіння та при певних швидкостях охолодження формується двофазний стан ГЦК-твердих розчинів на основі алюмінію, з різним вмістом цинку. Вивчено динаміку розпаду та результуючу морфологію сплавів Al-60(50)%Zn. Зафіксовано явище деформаційного розпаду цих сплавів при температурі 100С.

Ключові слова: сплав Al-Zn, твердий розчин, деформація, розпад, дифрактометрія, скануюча електронна мікроскопія.

1. Вступ

Постановка задач в даній роботі визначається як прикладними, так і фундаментальними чинниками.

З одного боку, сплави алюмінію з цинком, в тому числі леговані третім компонентом, широко використовуються у промисловості завдяки ряду технологічно цікавих особливостей, а при високих вмістах цинку проявляють здатність до

надпластичності. Параметри твердого розчину на основі алюмінію визначають фізичні, хімічні та технологічні властивості цих сплавів та присутність гетерогенних структурних складових [1,2]. Проте, не дивлячись на багаторічне вивчення системи Al-Zn, залишаються до кінця не з'ясованими порядок і механізми фазоутворення в області концентрацій цинку 40–70 ваг%. Оскільки сплави даної системи є основою для ряду литтєвих і деформаційних сплавів, становить інтерес вивчення залежності процесу розпаду від швидкості охолодження та вплив механічної деформації на розпад однорідного твердого розчину

З іншого боку, наявність аж трьох послідовних (по температурі) куполів розпаду (див. Рис.1) робить сплав Al-Zn з масовими концентраціями цинку в інтервалі 50–70 вагових процентів (і особливо поблизу вагової концентрації 60% цинку) цікавим модельним об'єктом для вивчення конкуренції фазових перетворень і впливу на цю конкуренцію зовнішніх чинників, зокрема швидкості охолодження, величини і швидкості деформації.

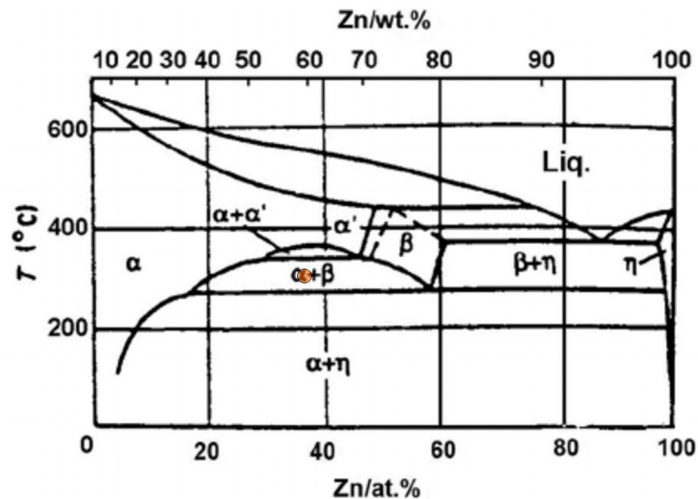


Рис.1. Діаграма стану системи алюміній-цинк.

Як відомо з емпіричного правила кроків Оствальда, при можливості ланцюжка фазових перетворень від високотемпературної фази до низькотемпературної, система зазвичай іде покроково, вибираючи кожен раз не перехід у остаточну, найвигіднішу фаза, із найбільшим вивільненням енергії, а ланцюжок переходів у фази з меншою термодинамічною рушійною силою, але зате і з найнижчим нуклеаційним бар'єром. Перевірити це можна, охолоджуючи, наприклад, 60-процентний сплав алюмінію-цинку з різними швидкостями. Тоді ми маємо шанс, в залежності від швидкості охолодження, отримати систему з одним, двома або навіть трьома твердими розчинами. Аналогічну дію може чинити деформація сплаву – адже вона призводить до генерації додаткових дефектів і відповідно, до прискорення перерозподілу концентрацій на атомному рівні.

Ряд джерел (напр., [3,4]) вказують на існування двох типів твердих розчинів Zn в Al у вузькій температурній області 350°C–270°C та евтектичної суміші фаз при низьких температурах, що формується завдяки розпаду вихідного твердого розчину.

В нашій роботі ми змінюємо швидкість охолодження та визначаємо умови, при яких реалізується деформаційний розпад.

2. Підготовка зразків та методи дослідження

Сплави Al-Zn з концентрацією цинку 30–60 масових % були виплавлені з хімічно чистих компонентів в індукційній печі та гомогенізовані протягом 12 годин при температурі 410°C. Зразки у вигляді дисків діаметром 15 і товщиною 2–3 мм гартували від температури 400°C і піддавали механічній деформації з різною швидкістю на установці з падаючим вантажем.

Швидкість зміни температури варіювали за допомогою охолодження зразка у різних середовищах (вода, масло, повітря).

Мікроструктуру зразків вивчали на електронному мікроскопі Hitachi S-4300, кристалічну структуру та фазовий склад - на рентгенівському дифрактометрі DRON у $Fe K_{\alpha}$ -випромінюванні.

Залишкову концентрацію цинку у твердому розчині визначали, подібно до роботи [5], за законом Вегарда. Для уточнення концентраційної залежності параметру ґратки ГЦК-твердого розчину проведено прецизійне вимірювання сталої ґратки загартованих від температури $410^{\circ}C$ зразків ряду сплавів з різним вмістом цинку. На рис.2 наведено приклад обробки дифракційної лінії (400) для еталону (відпалений порошок алюмінію), загартованих сплавів Al-60%Zn, Al-50%Zn та витриманого при температурі $250^{\circ}C$ сплаву Al-50%Zn. Видно, що відпал приводить до зміщення дифракційної лінії завдяки збільшенню параметру ГЦК-ґратки при збідненні твердого розчину цинком за рахунок розпаду. Отримана концентраційна залежність сталої ґратки добре узгоджується з законом Вегарда і представлена на рис. 3.

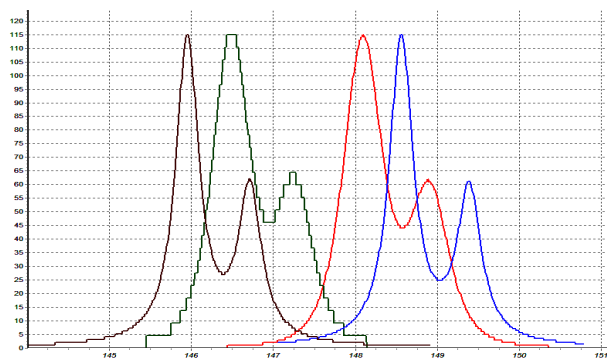


Рис.2. Апроксимовані і нормовані по інтенсивності профілі дифракційного K_{α} -дублету (400) зразків. $Fe K_{\alpha}$ -випромінювання.

зліва направо: Al – еталон, Al-50%Zn відпал при $250^{\circ}C$, Al-50%Zn, Al-60%Zn - гартування від $400^{\circ}C$.

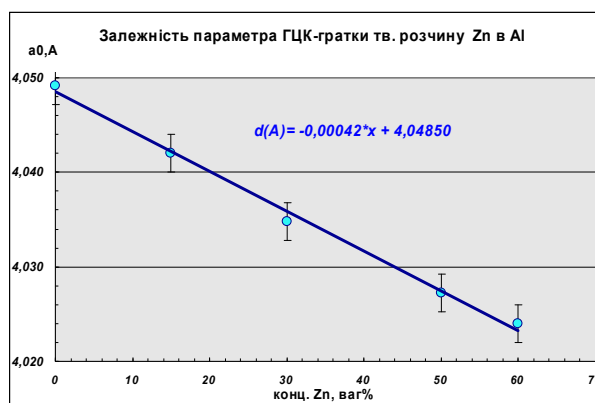


Рис. 3. Залежність параметру ґратки ГЦК-твердого розчину Al-Zn від масової частки цинку у сплаві.

Для вивчення впливу швидкості охолодження на формування структури сплаву Al-60%Zn було використані гартування у воду, трансформаторне масло, вільне охолодження зразка у повітрі та охолодження з піччю. Темп зміни температури зразка вимірювали приєднаною до зразка тонкою ХА-термопарою, сигнал якої фіксували цифровим осцилографом. Значення швидкостей охолодження склали 1200 К/с, 80 К/с, 10 К/с і 0,3 К/с відповідно для процесів гартування у воду, трансформаторне масло, вільного охолодження зразка у повітрі та охолодження з піччю.

3. Хімічний склад та морфологія сплаву Al-60%Zn у двофазній області

Зразок сплаву Al-60wt%Zn був витриманий 2 години при температурі $300^{\circ}C$ і загартований у воду кімнатної температури. Отримано, що після гартування з області купола (точка на Рис.1), формується евтектоподібна морфологія (Рис.4а) зі складною структурою багатих цинком областей (Рис.4б).

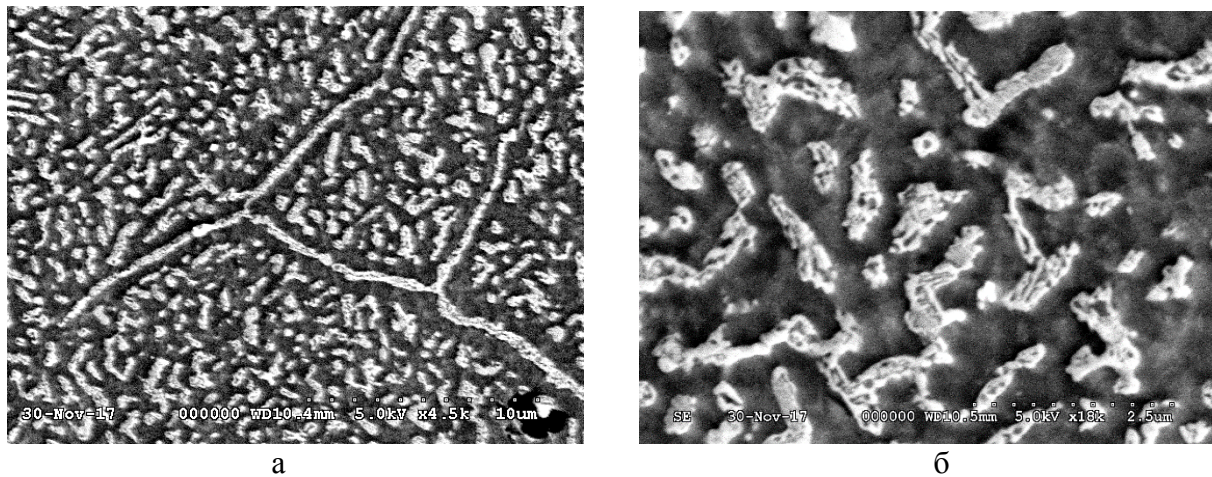


Рис. 4. Мікроструктура загартованого від 300С сплаву Al-60wt%Zn:
а – x4000, BSE б – x18000, SE.

Виділення збагаченої цинком фази спостерігається також у вигляді протяжних ліній, оточених збідненими областями (Рис.4а). Можна припустити, що ці процеси проходять по границям зерен.

Локальним рентгенівським мікроаналізом визначено середній склад збагачених цинком областей - 31% Al, 69%Zn, матриці - 51% Al, 49%Zn.

4. Динаміка розпаду при кімнатній температурі

Процес природнього старіння сплаву Al-50%Zn при кімнатній температурі досліджено протягом трьох місяців. Дифрактограми представлено на Рис.5. Видно, що ознаки розпаду твердого розчину з'являються уже через 4 дні у вигляді властивих цинку дифракційних максимумів ГЩУ-гратки (002), (100) та (101) на кутах дифракції відповідно $46,3^\circ$, $48,7^\circ$ та $55,4^\circ$. Стан практично повного розпаду досягається протягом 83 діб і подальша витримка не змінює структурного стану.

Звертає на себе увагу тонка структура лінії (111) ГЦК-структури твердого розчину на основі алюмінію, що формується у часовому проміжку 11 – 34 дні. «Виступ» праворуч від максимуму – це дифракційна лінія (100) ГЩУ-цинку, а «виступ» з боку менших кутів, очевидно, формує лінія (111) ГЦК гратки другого твердого розчину на основі алюмінію, з меншим вмістом цинку.

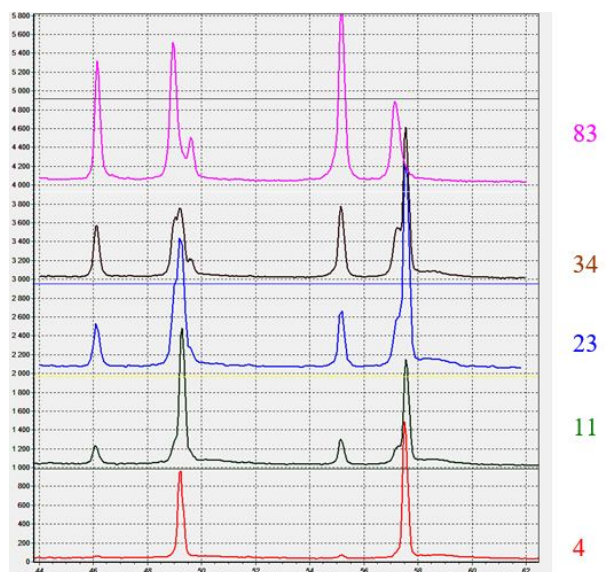


Рис.5. Дифрактограми сплаву Al-50%Zn в процесі розпаду при кімнатній температурі. Час витримки (діб) вказано біля дифрактограми. FeK α -випромінювання.

5. Мікроструктура зістарених сплавів Al-Zn

Морфологію зістарених при кімнатній температурі протягом 3 місяців сплавів Al-50wt%Zn та Al-60wt%Zn досліджено методом скануючої електронної мікроскопії. Отримано, що сплави Al-50wt%Zn включають області двох типів (Рис.6 а), які по даним

локального аналізу мають практично однаковий інтегральний склад, але відрізняються величиною зерен фаз із різним вмістом цинку. Багаті цинком окремі зерна (світлі на Рис.6б) мають розміри 0,1...0,5 мкм, що не дозволяє кількісно визначити їх склад. Області другого типу складені з нанозерен фаз, або є «острівками» вихідного твердого розчину, що не розпався. Такі області поділені на кілька фрагментів своєрідними границями (Рис.6 б).

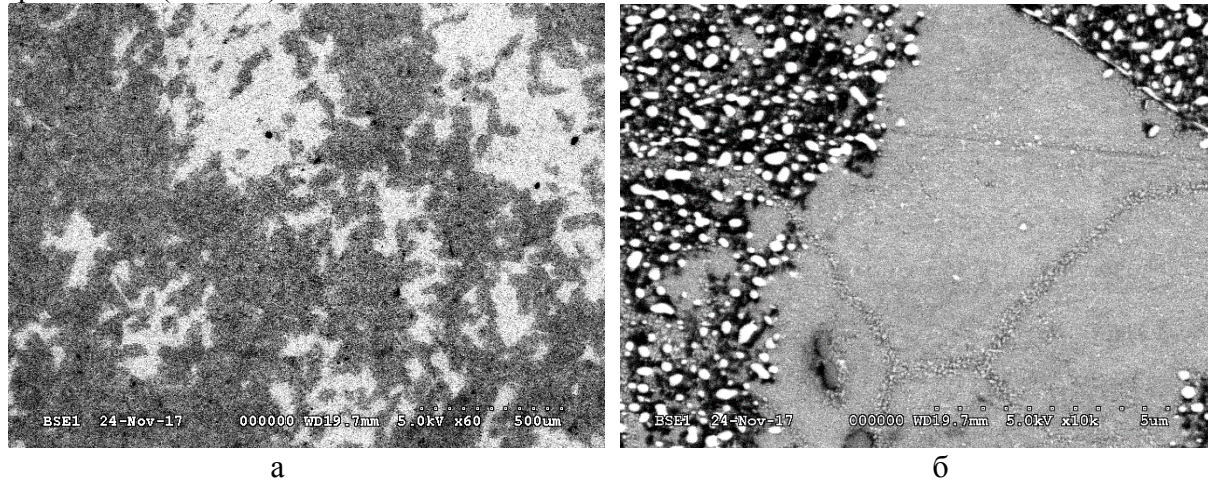


Рис. 6. Мікроструктура зістареного сплаву Al-50wt%Zn: а – x60, BSE
б – x10000, BSE.

Сплав Al-60wt%Zn після тривалого старіння при кімнатній температурі утворює суттєво іншу морфологію, подібну до двохфазної евтектики (Рис. 7). Розмір багатих цинком областей лежать в інтервалі 1...5 мкм, їх середній склад, по даним локального аналізу, 20% Al 80%Zn. Середній склад збіднених цинком зерен 65% Al, 35%Zn.

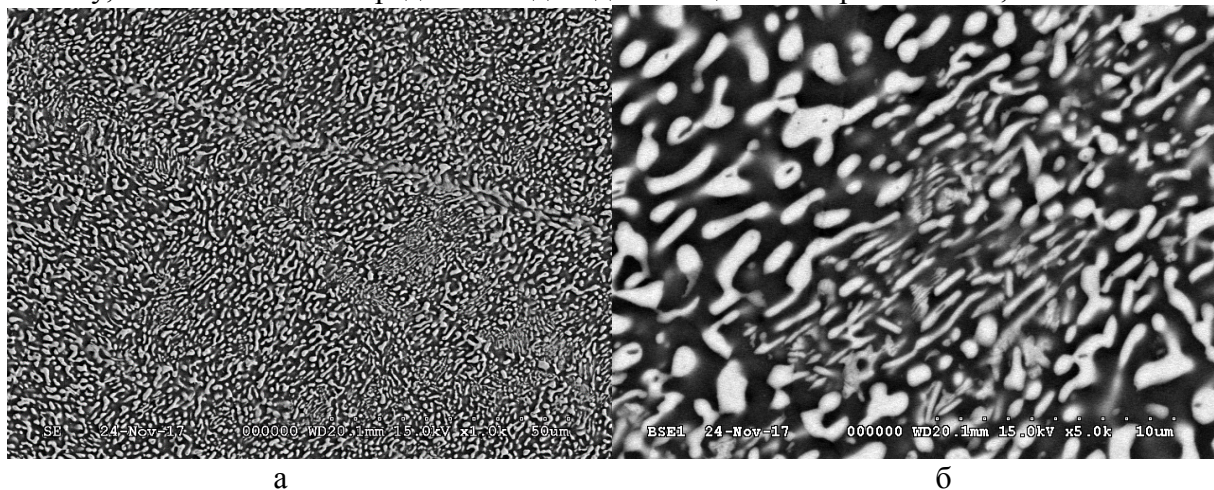


Рис. 7. Мікроструктура зістареного сплаву Al-60wt%Zn: а – x600, BSE
б – x5000, BSE.

Слід зазначити, що морфологія сплавів Al-60wt%Zn після тривалої витримки при кімнатній температурі (Рис. 7) подібна до розподілів, отриманих у роботі [6] методом математичного моделювання. Це може свідчити про подібність реальних процесів у цих сплавах фізичним принципам, використаним у згаданій роботі.

6. Вплив швидкості охолодження на структурний стан сплаву Al-60%Zn

На дифрактограмах зразків сплаву Al-60%Zn, охолоджених від температури 400°C з різними швидкостями (Рис. 8), прослідковується ріст ліній цинку та зменшення

висоти і зміщення у бік малих кутів піків ГЦК-твердого розчину на основі алюмінію. Це свідчить про виділення цинку, зменшення його концентрації у твердому розчині з відповідним збільшенням сталої ґратки.

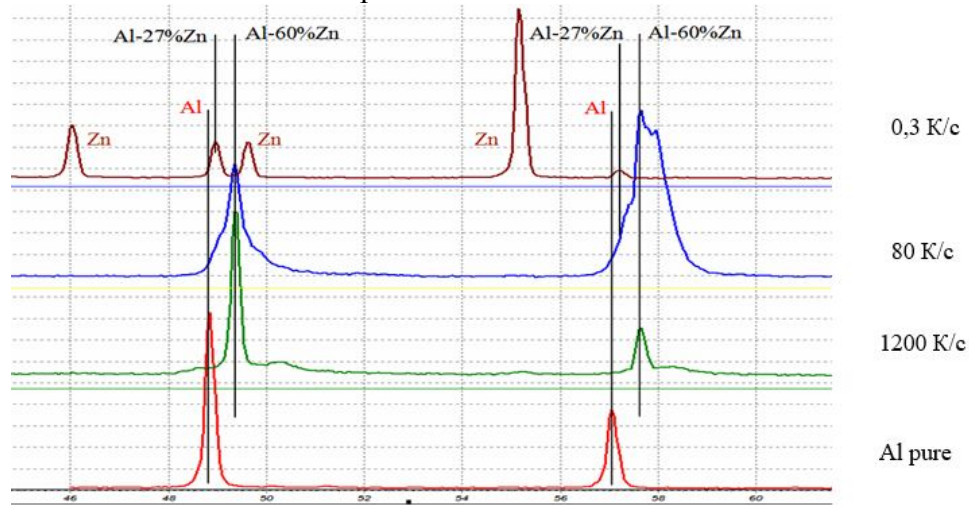


Рис.8. Дифрактограми сплаву Al-60%Zn охолоджених від 400С з різною швидкістю. Нижня дифрактограма – порошок чистого Al. FeK α -випромінювання.

При охолодженні сплаву Al-60%Zn зі швидкостями в діапазоні 500-50 K/c спостерігається особливий характер структуроутворення - формування двох типів ГЦК-фаз з різною сталою ґратки. На дифрактограмах лінії Zn відсутні – стан твердого розчину зберігається, проте лінії (111) та (200) вихідної ГЦК-структури мають багатокомпонентний профіль. Очевидно, це пов'язано з різною концентрацією Zn у твердому розчині цих фаз.

7. Розпад сплаву Al-50%Zn під дією пластичної деформації

Відомо, що розпад пересиченого твердого розчину може бути ініційований не лише температурним фактором, а також інтенсивною деформацією [7,8,9]. Подібний процес для евтектичного сплаву Pb-Sn детально досліджено експериментально і проаналізовано теоретично у роботі [10].

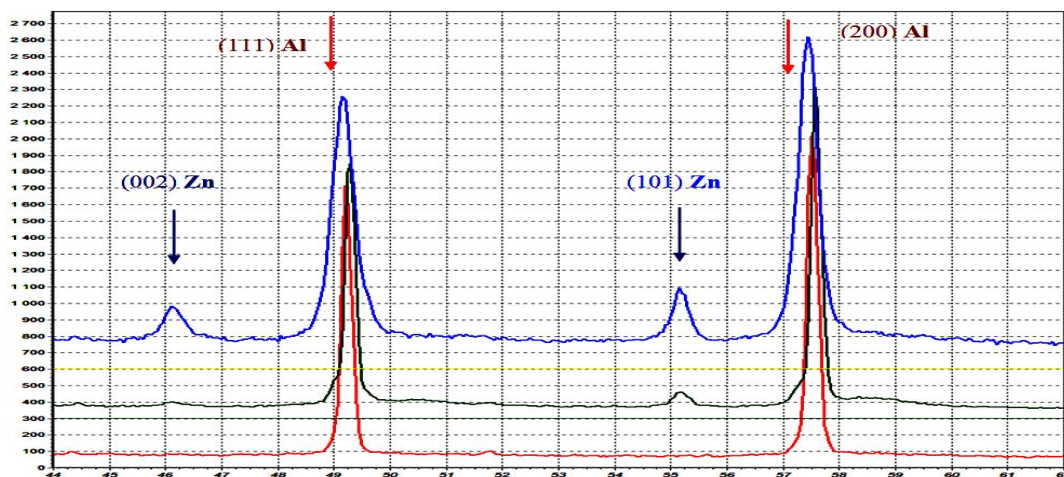


Рис.9. Дифрактограм зразків сплаву Al-50%Zn, оброблених за різними схемами
 ----- Загартований від 420°C у воду;
 ----- Загартований від 420°C у воду і витриманий 5 хв при температурі 100°C;
 ----- Деформований на 50% зі швидкістю 2,9 м/с попередньо загартований зразок.

Для дослідження стійкості сплавів системи Al-Zn відносно деформації, зразок сплаву Al-50%Zn, був загартований з температурної області існування однорідного твердого розчину (400°C) та підданий ударній деформації порядку 50% при кімнатній температурі. При цьому зразок виявляв крихкість, що утруднювало коректне дослідження його структурного стану.

Для уникнення розкришування зразка, ударна деформація проводилась при підвищених температурах. Для цього була виготовлена спеціальна установка для термостатування зразка при деформації в діапазоні температур 50°C – 300°C. Оскільки монтаж і прогрів зразку вимагав 5-10 хв часу, була вибрана температура 100°C, при якій помітний розпад не відбувався.

Отримано, що при температурі 100°C зразок сплаву Al-50%Zn деформується пластично і при цьому відбувається частковий розпад ГЦК-твердого розчину з виділення цинку (Рис. 9). Також із дифрактограм видно, що при деформації лінії ГЦК-твердого розчину цинку в алюмінії уширені (внаслідок виникнення мікронапруг або подрібнення кристалітів до розмірів менше, ніж 0,2 мкм), а також зміщені у бік менших кутів (внаслідок збільшення сталої ґратки ГЦК-твердого розчину при зменшення концентрації цинку).

На відміну від попереднього зразка, сплав Al-60%Zn при кімнатній деформувався пластично. При цьому дифракційних ознак розпаду (поява лінії цинку, кутове зміщення максимумів ГЦК-твердого розчину) не спостерігали.

8. Висновки

Отримані експериментальні результати демонструють залежність схеми і ступеню розпаду сплавів Al-Zn, близьких до еквімасових концентрацій, від швидкості охолодження, температури і деформації. Також цікавими є значні відмінності мікроструктури і пластичних властивостей близьких по складу сплавів Al-50%Zn і Al-60%Zn.

Результати можуть слугувати основою для розвитку фізичних моделей еволюції структури алюміній-цинкових сплавів при термомеханічних впливах.

Подяки

Робота виконана в рамках європейського наукового проекту EXMONAN за програмою FP7 (Marie Curie International Research Staff Exchange Scheme Fellowship IRSES within the 7th European Community Framework Program under Grant 612552), а також за підтримки МОНУ (грант 0115 U 000638).

Автори вдячні професору кафедри фізики Черкаського національного університету Андрію Михайловичу Гусаку за допомогу у постановці задачі, змістовні дискусії у ході виконання досліджень та професійні поради щодо інтерпретації результатів.

Список використаної літератури:

1. Mondolfo L. F. Aluminum Alloys: Structure and Properties / L. F. Mondolfo // Elsevier. – 2013. – 982 p.
2. 1. Gilbert Kaufman J. Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications / J. Gilbert Kaufman, Elwin L. Rooy // ASM International. – 2004. 340 p.
3. Skoko Željko Microstructure of Al-Zn and Zn-Al Alloys / Željko Skoko, Stanko Popović, Goran Štefanić // Croat. Chem. Acta 82 (2). – 2009. – P. 405–420.
4. Murray J. L. The Al-Zn (Aluminum-Zinc) System / J. L. Murray // Bulletin of Alloy Phase Diagrams, – 1983. – Vol. 4, №1. – P. 55–73.

5. Король Я. Д. Особливості формування та розпаду пересичених сплавів Pb-Sn / Я. Д. Король // Вісник Черкаського університету. Серія «Фізико-математичні науки». – 2010. № 185. С. 42–47.
6. Miyazaki Toru. Computer simulations of the phase transformation in real alloy systems based on the phase field method / Toru Miyazaki, Toshiyuki Koyama, Takao Kozakai // *Materials Science and Engineering*. – 2001. – Vol. 312, № 1–2. – P. 38-49.
7. Baris A. Langdon Microstructure decomposition and unique mechanical properties in an ultrafine-grained Al-Zn alloy processed by high-pressure torsion / A. Baris, N. Q. Chinh, R. Z. Valiev, T. G Kovove // *Mater.* – 2015. – Vol. 53, № 4. – P. 251–258.
8. Башкин И. О. Распад твердого раствора в ω -фазе системы Ti-Zr при высоких давлениях / И. О. Башкин, В. В. Шестаков, М. К. Сахаров, В. К. Федотов, Е. Г. Понятовский // *Физика твердого тела*. – 2008. – Т. 50, № 7. – С. 5.
9. Kubalova L. M. The effect of deformation treatment on the decomposition of supersaturated Ni(Nb,B) and Ni(Mo,B) solid solutions synthesized by mechanical alloying / L. M. Kubalova, V. I. Fadeeva // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2014. – Vol 586, №1. – P. 61-64.
10. Korol Ya. Deformation-Induced Phase Separation / Ya. Korol, A. Gusak // *Металлофиз. новейшие технол.* – 2013. – Т. 35, № 7. – С. 909-917.

References

1. Mondolfo L. F. (2013). *Aluminum Alloys: Structure and Properties*. Elsevier (in Eng.)
2. Gilbert Kaufman J., L. Rooy Elwin. (2004). *Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications*. ASM International (in Eng.)
3. Skoko Željko, Popović Stanko, Štefanić Goran. (2009). Microstructure of Al-Zn and Zn-Al Alloys. *Croat. Chem Acta*, 82(2), 405–420.
4. Murray J. L. (1983). The Al-Zn (Aluminum-Zinc) System. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 4(1), 55–73.
5. Korol Ya. (2010) Peculiarities of formation and decomposition of supersaturated alloys Pb-Sn *Visnyk Cherkaskogo universytety. Seriya «Fizyko-matematychni nauky»(Bulletin of Cherkasy University. Series "Physics and Mathematics")*, (185), 42–47.
6. Miyazaki Toru, Toshiyuki Koyama, Kozakai Takao. (2001) Computer simulations of the phase transformation in real alloy systems based on the phase field method. *Materials Science and Engineering*, 312(1–2), 38-49.
7. Baris A., Chinh N. Q., Valiev R. Z., Langdon T. G. (2015) Microstructure decomposition and unique mechanical properties in an ultrafine-grained Al-Zn alloy processed by high-pressure torsion. *Kovove Mater*, 53(4), 251–258.
8. Bashkin I. O., Shestakov V. V., Sakharov M. K., Fedotov V. K., Poniatowski E. G. (2008). Decay of the solid solution in the ω -phase of the Ti-Zr system at high pressures. *Physics of the Solid State* (in Eng.).
9. Kubalova L. M., Fadeeva V. I. (2014) The effect of deformation treatment on the decomposition of supersaturated Ni(Nb,B) and Ni(Mo,B) solid solutions synthesized by mechanical alloying. *Journal of Alloys and Compounds*, 586(1), 61-64.
10. Korol Ya., Gusak A. (2013) Deformation-Induced Phase. *Metallofiz. Noveishie Tekhnol (Metalphysics latest technologies)*, 35(7), 909-917.

Summary. Ya. Korol, Csaba Cserhati, Gergő Vecsei, V. Tiutenko. *Experimental study of Al-Zn alloy decomposition at various temperature and deformation regimes.*

In this work the evolution of phase composition and microstructural characteristics of Al-50% Zn and Al-60% Zn alloys under different temperature regimes and under deformation

was investigated experimentally by X-ray diffractometry and scanning electron microscopy methods. It was found that the full decomposition of the initial homogeneous solid solution of zinc in aluminum is completed within three months at room temperature. At the same time, in the time interval of 10-40 days, a peculiar composition of fcc-solid solutions of different concentrations is formed. The final result of aging is a homogeneous solid solution of equilibrium concentrations and almost pure zinc. The SEM method shows that the microstructure of the Al-50% Zn alloy includes the fields of the same chemical composition with a different appearance of morphology. It was also shown that the morphology of the near-to-alloy alloys in the concentration range of 50-60 percent by weight has significant differences. This can be the result of the threshold nature of the concentration dependence of the processes of structuring.

The microstructure of the Al-50% Zn alloy tempered from the two-phase region under the "dome" of the phase diagram of the state is investigated. The existence of two morphological types - depleted matrix and micron formations of complex form with high zinc content is shown. By means of local X-ray microanalysis, the average composition of these regions is determined - 31% Al, 69% Zn. The composition of the matrix is 53% Al, 47% Zn.

The samples were cooled from 400C to room temperature with different rates of temperature change. It is shown that in the range of values of cooling rates 1000 K / s - 10 K / s there is an interval at which two concentric types of fcc solid solutions are formed. The diffractograms of Al-60% Zn alloy samples, cooled with the speeds characteristic for quenching in different media and free cooling from the furnace, are presented.

The phenomenon of decomposition of the solid solution of Al-50% Zn and Al-60% Zn alloys under the influence of mechanical deformation was recorded. The conditions under which the deformation of these alloys passes through is plastic, and the contribution to the decomposition of the solid solution of the thermal factor is insignificant.

Keywords: Al-Zn alloy, solid solution, deformation, decomposition, diffractometry, scanning electron microscopy.

Одержано редакцією 21.11.2017

Прийнято до друку 10.12.2017