



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК  
G01N 17/008 (2019.08)

(21)(22) Заявка: 2018118684, 21.05.2018

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
21.05.2018

Дата регистрации:  
29.06.2020

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 21.05.2018

(43) Дата публикации заявки: 21.11.2019 Бюл. № 33

(45) Опубликовано: 29.06.2020 Бюл. № 19

Адрес для переписки:

445020, Самарская обл., г. Тольятти, ТГУ, ул.  
Белорусская, 14, ОИС УСНИД

(72) Автор(ы):

Мерсон Евгений Дмитриевич (RU),  
Данилов Владимир Алексеевич (RU),  
Костин Владимир Иванович (RU),  
Мерсон Дмитрий Львович (RU),  
Виноградов Алексей Юрьевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего  
образования "Тольяттинский  
государственный университет" (RU)

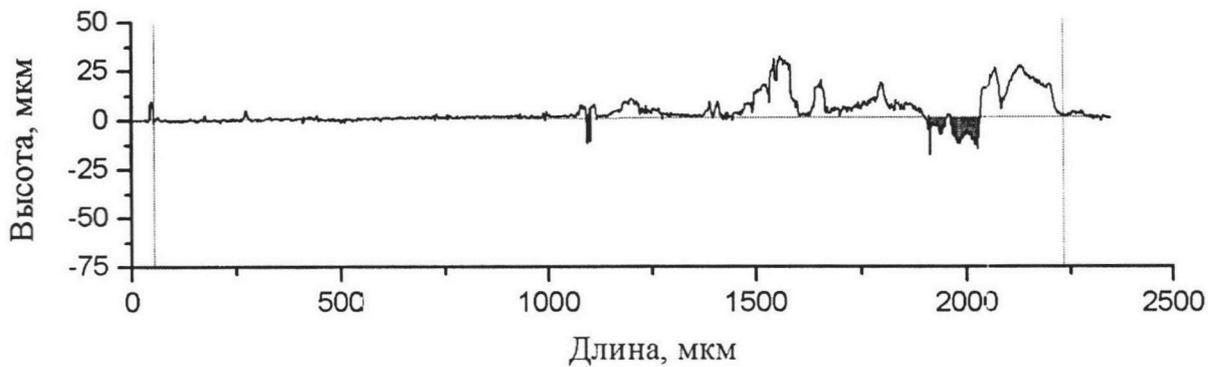
(56) Список документов, цитированных в отчете  
о поиске: CN 102692184 A, 26.09.2012. С.В.  
Панин, О.В. Старцев, А.С. Кротов, И.М.  
Медведев, А.С. Фролов "КОРРОЗИЯ И  
СТАРЕНИЕ ПОВЕРХНОСТИ  
КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ  
ПО ДАННЫМ 3D МИКРОСКОПИИ",  
ТРУДЫ ВИАМ, 2014. RU 2354957 C1,  
10.05.2009. RU 2504772 C1, 20.01.2014.

## (54) СПОСОБ КОЛИЧЕСТВЕННОЙ ОЦЕНКИ КОРРОЗИОННЫХ ПОВРЕЖДЕНИЙ МАТЕРИАЛОВ

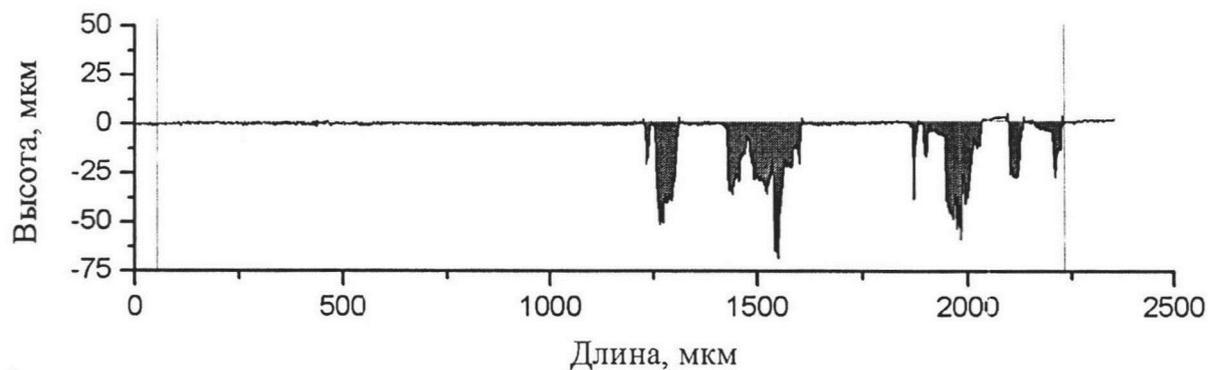
(57) Реферат:

Изобретение относится к области коррозионных испытаний. Способ определения коррозионной повреждаемости материалов включает изготовление образца, подготовку его рабочей поверхности - шлифа, выдержку в коррозионной среде, удаление продуктов коррозии, отличается тем, что далее на конфокальном лазерном сканирующем микроскопе производят панорамную 3D съемку рельефа всей поверхности образца, контактировавшей с коррозионной средой, а

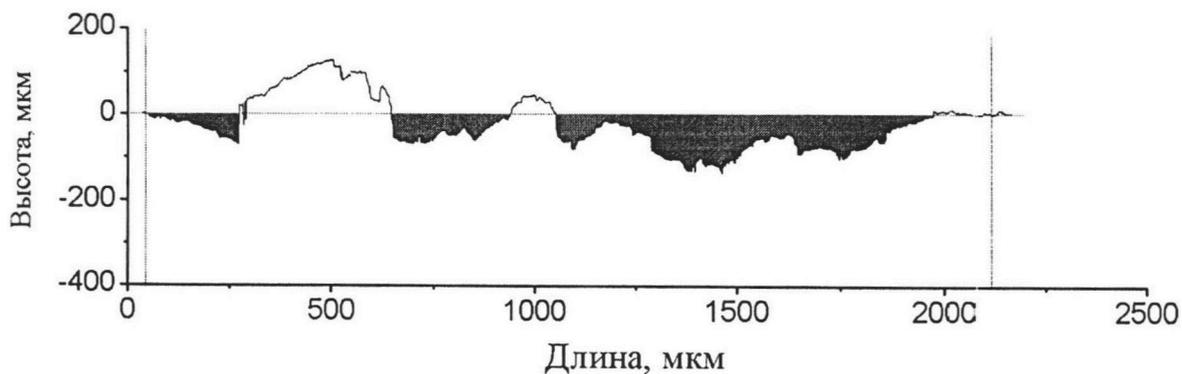
количественные оценки коррозионной повреждаемости материала делают на основе анализа полученного трехмерного изображения с учетом базового уровня, отсчитываемого от уровня материала заливки образца. Техническим результатом является создание ускоренного способа определения коррозионной повреждаемости материалов, позволяющего одновременно эффективно численно оценивать целый ряд параметров. 3 ил., 1 табл.



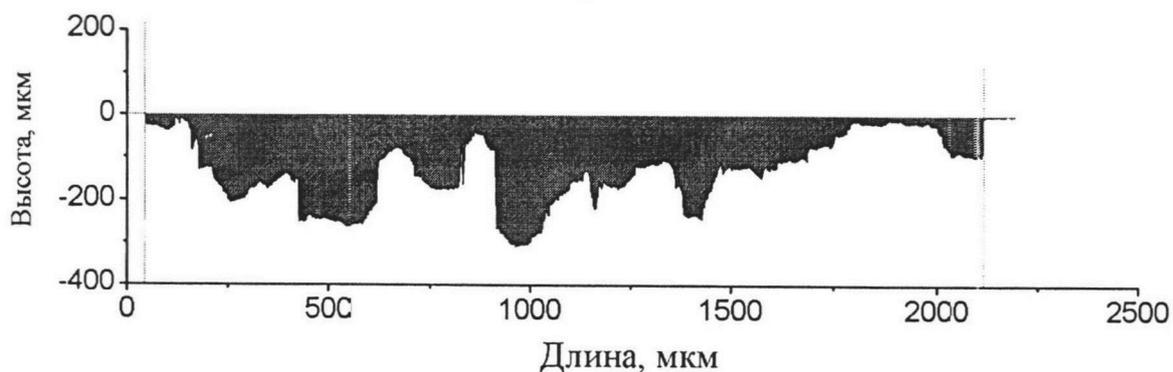
а



б



в



г

Методика определения объёма металла, потерянного в результате коррозии: а, в – после выдержки в 0,9NaCl, б, г – после удаления продуктов коррозии, а, б – сплав AZ81, в, г – сплав MgPure

Рис. 2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11)**2 725 110** (13) **C2**(51) Int. Cl.  
*G01N 17/00* (2006.01)**(12) ABSTRACT OF INVENTION**(52) CPC  
*G01N 17/008* (2019.08)(21)(22) Application: **2018118684, 21.05.2018**(24) Effective date for property rights:  
**21.05.2018**Registration date:  
**29.06.2020**

Priority:

(22) Date of filing: **21.05.2018**(43) Application published: **21.11.2019 Bull. № 33**(45) Date of publication: **29.06.2020 Bull. № 19**

Mail address:

**445020, Samarskaya obl., g. Tolyatti, TGU, ul.  
Belorusskaya, 14, OIS USNID**

(72) Inventor(s):

**Merson Evgenij Dmitrievich (RU),  
Danilov Vladimir Alekseevich (RU),  
Kostin Vladimir Ivanovich (RU),  
Merson Dmitrij Lvovich (RU),  
Vinogradov Aleksej Yurevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethnoe  
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego  
obrazovaniya "Tolyattinskij gosudarstvennyj  
universitet" (RU)****(54) METHOD FOR QUANTITATIVE EVALUATION OF CORROSION DAMAGE OF MATERIALS**

(57) Abstract:

FIELD: corrosion tests.

SUBSTANCE: method for determining corrosion damageability of materials involves making a sample, preparing its working surface—a section, holding in a corrosive medium, removing corrosion products, differs by the fact that further on the confocal laser scanning microscope, panoramic 3D survey of the relief of the entire surface of the sample in contact with the corrosive medium is carried out, and quantitative assessment of corrosion damageability of material is made based on

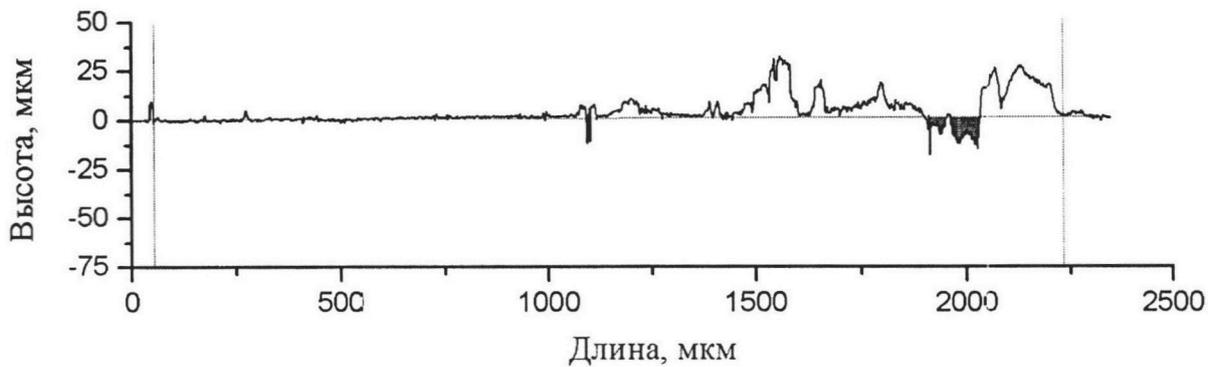
analysis of obtained three-dimensional image based on base level, counted from level of material of casting sample.

EFFECT: technical result is the creation of an accelerated method for determining corrosion damageability of materials, which enables to simultaneously effectively evaluate a number of parameters.

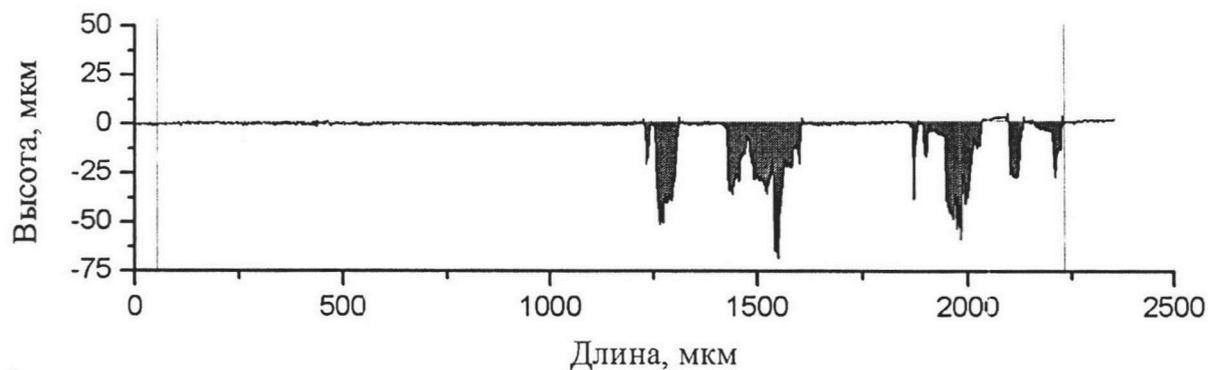
1 cl, 3 dwg, 1 tbl

**RU 2 725 110 C 2**

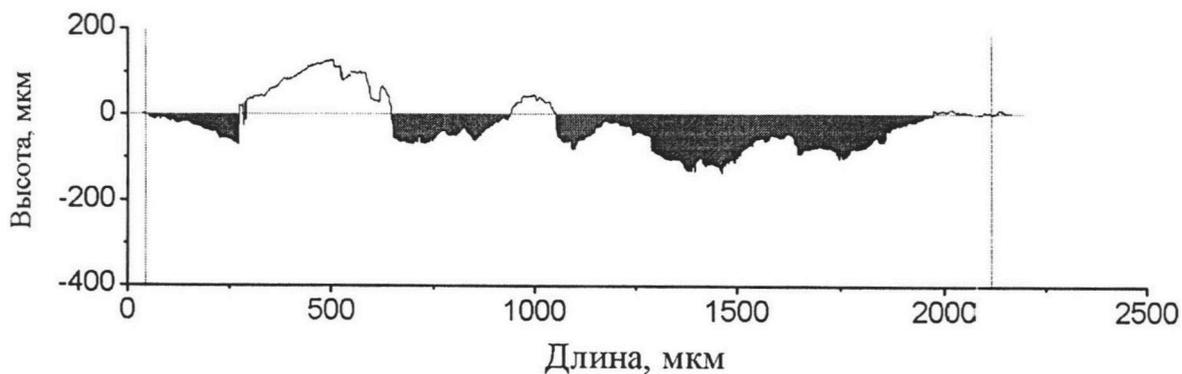
**RU 2 725 110 C 2**



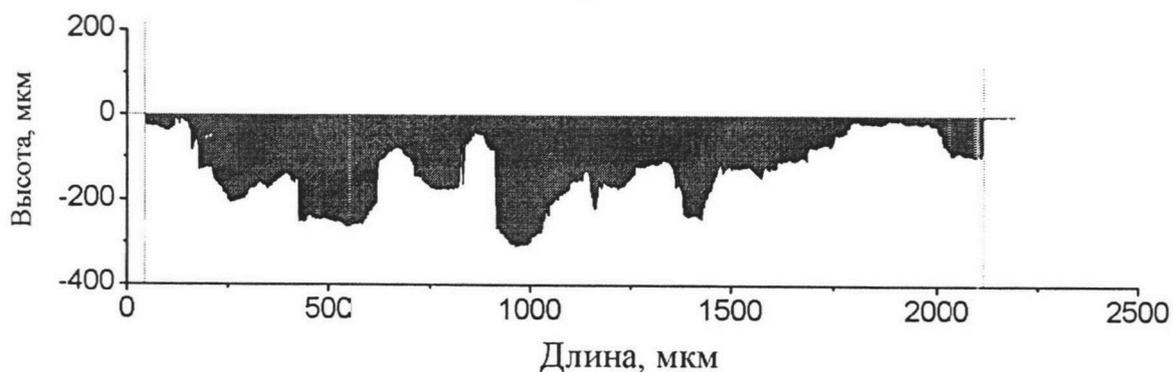
а



б



в



г

Методика определения объёма металла, потерянного в результате коррозии: а, в – после выдержки в 0,9NaCl, б, г – после удаления продуктов коррозии, а, б – сплав AZ81, в, г – сплав MgPure

Рис. 2

Изобретение относится к области коррозионных испытаний и, в частности, к металлографическим (оптическим) методам исследования морфологии коррозионного повреждения и может быть использовано в химической, нефтехимической, энергетической, машиностроительной и металлургической промышленности, на объектах транспорта для контроля качества и оценки работоспособности материалов, при прогнозировании эксплуатационной надежности изготовленных из них деталей и узлов машин производственного назначения. Способ определения коррозионной повреждаемости материалов позволяет одновременно эффективно оценивать целый ряд параметров - показателей коррозии и коррозионной стойкости, например, таких как: скорости сплошной, питтинговой, межкристаллитной коррозии и так далее.

Известен способ испытания автолистовых сталей на стойкость против атмосферной коррозии (RU 2448338 C1, МПК G01N 17/00, дата подачи заявки 15.11.2010), в котором изготавливают образец и проводят подготовку его рабочей поверхности, изолируют торцевые и одну широкую грани образца нанесением расплавленного осмоленного парафина. Затем осуществляют измерение площади рабочей поверхности. Далее взвешивают образец и погружают его в 3,5% раствор NaCl в вертикальном или строго горизонтальном положении с выдержкой в течение 10 минут. Затем извлекают образец из раствора на воздух с выдержкой в течение 50 минут. При этом погружение и извлечение образца проводят циклически. Далее осуществляют сушку после последнего цикла и взвешивание. Затем определяют коррозионную стойкость по удельному привесу.

Известен способ коррозионных испытаний материалов (см., например, RU 2235309 C1, МПК G01N 17/00, дата подачи заявки 03.12.2003; RU 2361191C1, МПК G01N 17/02, дата подачи заявки 11.01.2008), сущность которого заключается в том, что испытуемый образец подвергают в течение определенного времени воздействию агрессивной среды, определяют изменение массы образца и по нему судят о скорости коррозии.

Известен способ определения скорости коррозии металлов и сплавов (RU 2019815C1, МПК G01N 17/00, дата подачи заявки 27.08.1997), заключающийся в том, что эталонный и исследуемый образцы размещают в коррозионной среде и подключают их к источнику напряжения. На эталонном образце поддерживают потенциал, равный потенциалу коррозии исследуемого образца, выдерживают заданное время, измеряют величину тока на эталонном образце и по его величине судят о скорости коррозии.

Основным недостатком данных способов является то, что в результате испытания определяют интегральный параметр (привес, потеря массы, изменение электрохимических характеристик), относящийся ко всей контактирующей с агрессивной средой поверхности образца, а в качестве дифференциального показателя коррозии (скорости коррозии) используют вычисленное отношение интегрального параметра ко времени взаимодействия образца с агрессивной средой. Таким образом, все упомянутые способы не позволяют выделить вид коррозии (сплошная, пятнами, питтинговая и так далее), играющий основную роль в данном испытании, и, как следствие, даже не предусматривают возможности определения количественных показателей, характеризующих рельеф коррозионных повреждений (максимальные глубина и скорость проникновения питтинга, максимальный размер поперечника питтинга в устье, глубина и скорость проникновения межкристаллитной коррозии и так далее).

Кроме того, в случае коррозионностойких материалов, например, алюминиевых сплавов, или невозможности использования достаточно крупных образцов, потеря массы в результате коррозии становится заметна только при длительных испытаниях (до 90 суток в случае алюминиевых сплавов).

Целью настоящего изобретения является создание способа определения коррозионной повреждаемости материалов, позволяющего одновременно эффективно численно оценивать целый ряд параметров - показателей коррозии и коррозионной стойкости, например, таких как: скорости сплошной, питтинговой, межкристаллитной коррозии и так далее.

Поставленная цель достигается тем, что способ определения коррозионной повреждаемости материалов, согласно изобретению, заключается в том, что на конфокальном лазерном сканирующем микроскопе производят панорамную 3D съемку рельефа всей поверхности образца, контактировавшей с коррозионной средой, а количественные оценки коррозионной повреждаемости материала делают на основе анализа полученного трехмерного изображения с учетом базового уровня, отсчитываемого от уровня материала заливки образца.

Пример конкретного выполнения способа.

В качестве образцов использовали заготовки круглого сечения диаметром 2 мм, изготовленные из чистого магния и магниевых сплавов AZ81. Образцы заливали в эпоксидную смолу, а затем изготавливали шлиф до тонкой полировки на бархате с суспензией с дисперсностью частиц 1 мкм. После этого готовый шлиф выдерживали в коррозионной среде (0,9NaCl) в течение 24 часов. В процессе коррозионных испытаний происходило повреждение поверхности образца, а заливка оставалась нетронутой, что обеспечивало необходимую «точку отсчета» на поверхности заливки.

После выдержки шлифа в коррозионной среде была произведена съемка всей поверхности образца с продуктами коррозии на конфокальном лазерном сканирующем микроскопе (КЛСМ) LEXT OLS4000 (Olympus). При диаметре образца 2 мм и увеличении  $\times 400$  для этого было необходимо осуществить построение панорамного изображения из 16 кадров (4 $\times$ 4). Полученные таким образом изображения, содержат информацию о цвете и яркости каждой точки изображения (см. рис. 1), а также ее точном положении в трехмерном пространстве, т.е. координаты X, Y и Z. Фактически, данные изображения представляют собой топографические карты поверхности образца, позволяющие оценить параметры профиля рельефа поверхности в произвольном сечении (см. рис. 2).

После получения изображений с образца удалили продукты коррозии реактивом для магния и его сплавов по ГОСТ 9.907-2007 (состав реактива для удаления продуктов коррозии: 200 г оксида хрома (VI) ( $\text{CrO}_3$ )+10 г азотнокислого серебра ( $\text{Ag}_2\text{NO}_3$ )+до 1000 см<sup>3</sup> дистиллированной воды при температуре 20-25 $^\circ\text{C}$ ) и для всей поверхности образца снова построили панорамное изображение при помощи КЛСМ.

Анализ полученных трехмерных панорамных изображений позволяет получить количественные показатели коррозии и коррозионной стойкости: по глубине проникновения сплошной коррозии рассчитать ее линейную скорость, по максимальной глубине питтинга - минимальное время проникновения питтинга на допустимую (заданную) глубину, по глубине проникновения межкристаллитной коррозии - скорость проникновения, время проникновения на допустимую (заданную) величину, время снижения механических свойств до допустимого (заданного) уровня, для коррозионного растрескивания по глубине (длине) трещин - скорость роста трещин и время до появления первой трещины и так далее.

Как видно на рисунке 1а, в после коррозионных испытаний в реактиве 0,9NaCl с выдержкой в 24 часа, на поверхности сплава AZ81 и чистого магния образовались области нескольких характерных типов (рис. 1а, в): 1) слабо поврежденные участки, 2) темные фрагменты коррозионного повреждения, 3) продукты коррозии (ПК) черного,

белого или светло-голубого цвета.

После удаления продуктов коррозии на панорамном изображении можно выделить 2 характерные области (рис. 1б, г): 1) слабо поврежденные участки, 2) темные фрагменты коррозионного повреждения.

5 В качестве иллюстрации возможностей способа произвели измерение и численный расчет объема металла потерянного в результате коррозии. Для этого в программном обеспечении микроскопа, используя профили рельефа, полученных изображений, установили «базовую плоскость» - горизонтальную плоскость, параллельную  
10 поверхности шлифа, положение которой по вертикальной оси Z совпадает с положением поверхности заливки шлифа (см. горизонтальные участки поверхности в начале и в конце профилей на рис. 2). Затем на 2D изображении образца выделили область анализа, ограничивающую исследуемый металл, для исключения артефактов, связанных с  
неровностями на заливке (см. вертикальные линии на гистограмме рис. 2). В результате, измеряли объем потерянного металла, т.е. объем пространства, ограниченный «базовой  
15 плоскостью» сверху и поврежденной поверхностью металла, снизу (см. область, залитую розовым цветом, находящуюся под «базовой плоскостью» на рис. 2).

На профилях, соответствующих образцам до удаления ПК (см. рис. 2а и в) видны отклонения от «базовой плоскости» как вверх, так и вниз. Это свидетельствует о том, что при коррозионных процессах происходило как растворение металла, так и оседание  
20 продуктов коррозии, в том числе на неповрежденных областях металла. Как видно на соответствующих профилях (см. рис. 2б и г) после удаления ПК на поверхности образца остаются только выеденные коррозией области, что позволяет рассчитать истинный объем потерянного в результате коррозии металла. Из таблицы 1 следует, что после  
удаления ПК измеряемый объем существенно выше. Это же наглядно  
25 продемонстрировано на рис. 3, на котором розовым цветом закрашены области, находящиеся ниже «базовой плоскости».

Таблица 1 – Параметры коррозионного рельефа образцов

Образец	Состояние	Объёма металла потерянного в результате коррозии, мм <sup>3</sup>	Отношение потерянных объёмов металла, измеренных до и после удаления ПК
AZ81	До удаления ПК	0.0057	6,1
	После удаления ПК	0.0349	
Чистый	До удаления ПК	0.0827	3,6
магний	После удаления ПК	0.2960	

Исходя из вышеизложенного, можно сделать вывод, что цель настоящего изобретения - создание способа определения коррозионной повреждаемости материалов, позволяющего одновременно эффективно численно оценивать целый ряд параметров - показателей коррозии и коррозионной стойкости, например, таких как: скорости  
45 сплошной, питтинговой, межкристаллитной коррозии и так далее - достигнута.

(57) Формула изобретения

Способ определения коррозионной повреждаемости материалов, включающий

изготовление образца, подготовку его рабочей поверхности - шлифа, выдержку в коррозионной среде, удаление продуктов коррозии, отличающийся тем, что далее на конфокальном лазерном сканирующем микроскопе производят панорамную 3D съемку рельефа всей поверхности образца, контактировавшей с коррозионной средой, а  
5 количественные оценки коррозионной повреждаемости материала делают на основе анализа полученного трехмерного изображения с учетом базового уровня, отсчитываемого от уровня материала заливки образца.

10

15

20

25

30

35

40

45

1

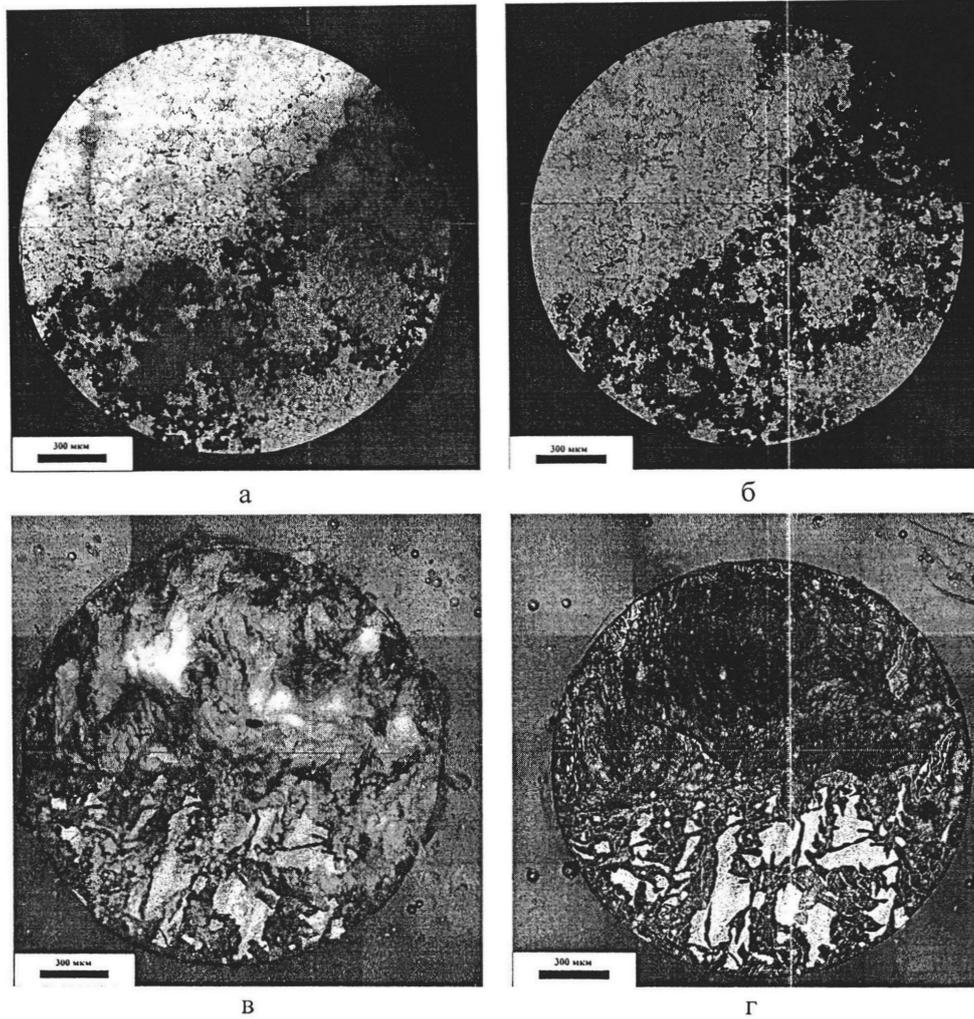
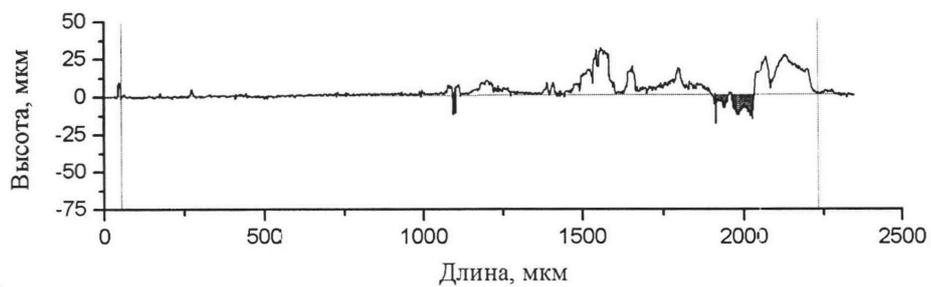
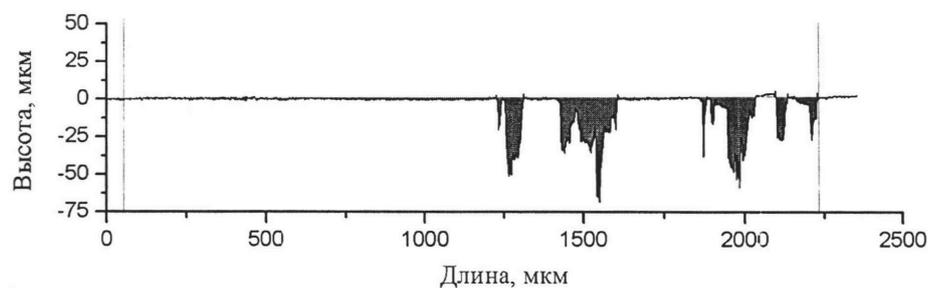


Рисунок 1 – Панорамные изображения поверхности образцов, полученные с помощью КЛСМ: а, в – после выдержки в 0,9NaCl, б, г – после удаления продуктов коррозии, а, б – сплав AZ81, в, г – чистый магний.

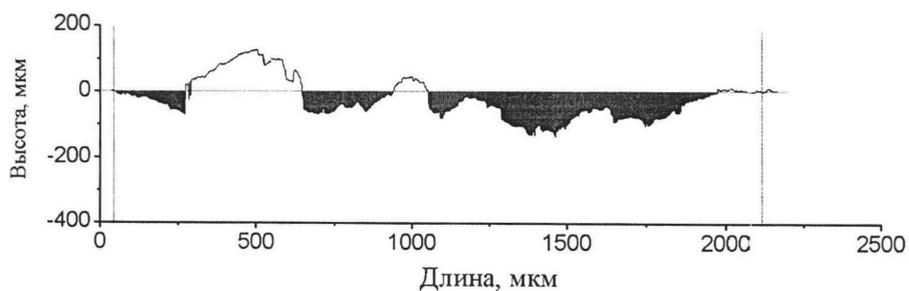
2



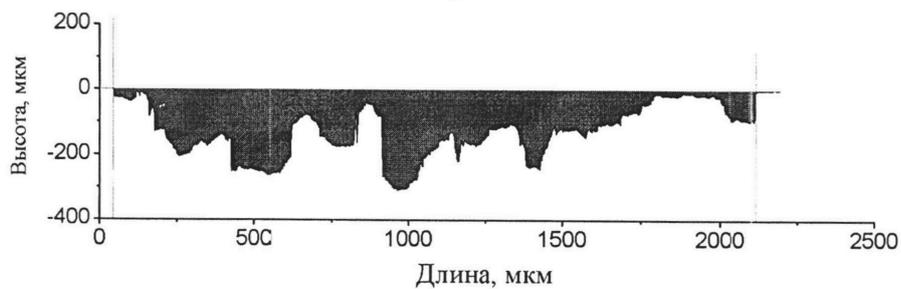
а



б



в



г

Рисунок 2 – Методика определения объёма металла, потерянного в результате коррозии: а, в – после выдержки в 0,9NaCl, б, г – после удаления продуктов коррозии, а, б – сплав AZ81, в, г – сплав MgPure

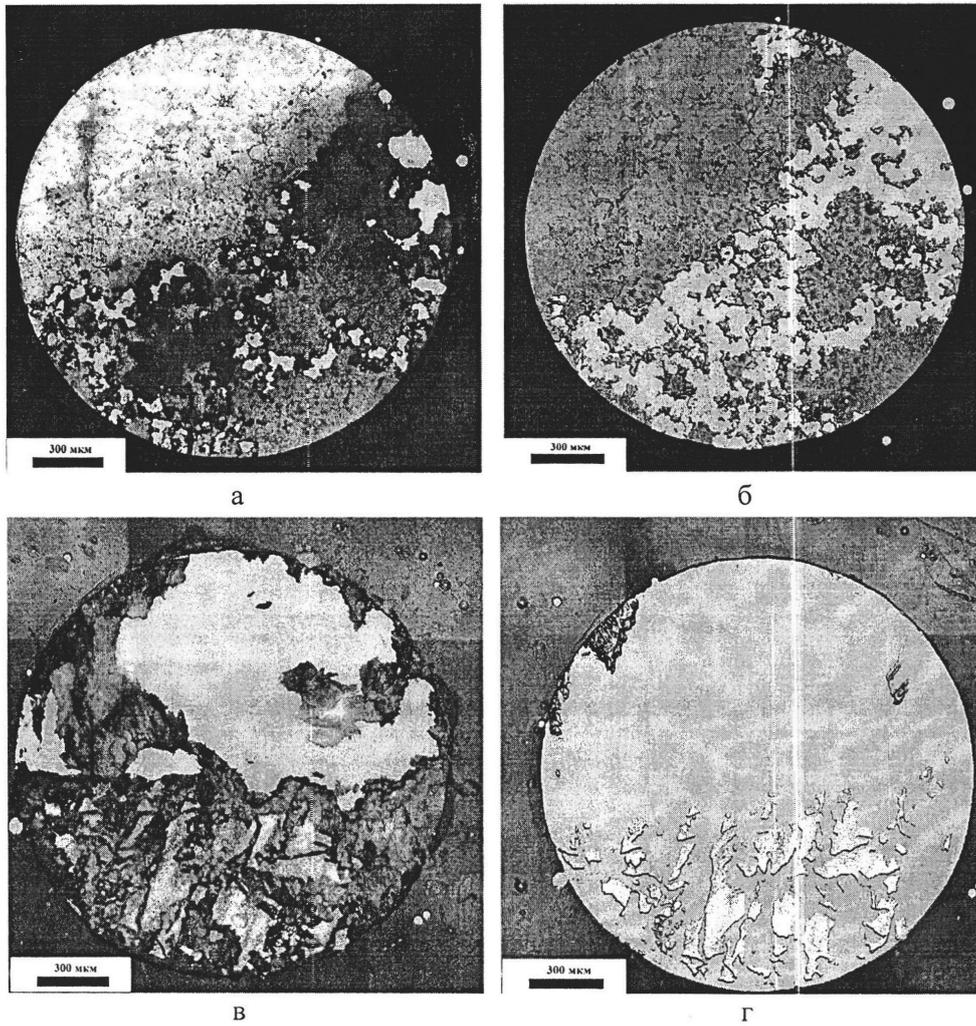


Рисунок 3 – Области измерения объёма металла потерянного в результате коррозии (закрашены розовым): а – после выдержки в 0,9NaCl, б – после удаления продуктов коррозии, а, б – сплав AZ81, в, г – сплав MgPure