
Diagnostics, Resource and Mechanics
of materials and structures

Editor-in-Chief: **Sergey V. Smirnov**
Deputy Editors-in-Chief: **Sergey V. Gladkovsky**
Deputy Editors-in-Chief: **Evgenii Yu. Prosviryakov**

Editorial Council

Anatoly A. Burenin (Russia)
Irina G. Goryacheva (Russia)
Janez Grum (Slovenia)
Mikhail P. Lebedev (Russia)
Leopold I. Leontiev (Russia)
Evgeny V. Lomakin (Russia)
Valery P. Matveenko (Russia)
Nikolay A. Makhutov (Russia)
Nikita F. Morozov (Russia)
Vladimir V. Moskvichev (Russia)
Sergey V. Panin (Russia)
Vasily M. Fomin (Russia)
Shao Wen-zhu (China)

Editorial Board

Boris V. Artemyev (Moscow)
Vladimir A. Bataev (Novosibirsk)
Ivan A. Bataev (Novosibirsk)
Aleksandr K. Belyaev (St.-Peterburg)
Sergey V. Burov (Ekaterinburg)
Vladimir O. Vaskovsky (Ekaterinburg)
Dmitry I. Vichuzhanin (Ekaterinburg)
Vladimir G. Degtyar (Miass)
Igor G. Emelyanov (Ekaterinburg)
Sergey M. Zadvorkin (Ekaterinburg)
Alexander G. Zalazinsky (Ekaterinburg)
Anatoly V. Konovalov (Ekaterinburg)
Vladimir N. Kostin (Ekaterinburg)
Tatyana P. Lyubimova (Perm)
Aleksey V. Makarov (Ekaterinburg)
Vladimir A. Mironov (Ekaterinburg)
Sergey A. Mikhaylov (Kazan)
Radik R. Mulyukov (Ufa)
Vitaly V. Muravyov (Izhevsk)
Aleksandr P. Nichipuruk (Ekaterinburg)
Oleg A. Plekhov (Perm)
Anna M. Povlotskaya (Ekaterinburg)
Nataliya B. Pugacheva (Ekaterinburg)
Igor Yu. Pyshmintsev (Chelyabinsk)
Anatoly B. Rinkevich (Ekaterinburg)
Roman A. Savray (Ekaterinburg)
Alexander S. Smirnov (Ekaterinburg)
Alexander I. Ulyanov (Izhevsk)
Yuliya V. Khudorozhkova (Ekaterinburg)

Eelena E. Verstakova, editor of the English translation
Olga A. Verstakova, editor of Russian texts
Anna V. Garieva, maker-up
Galina V. Torlopova, associate editor
Raul N. Shakirov, site admin

Postal address: Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 34 Komsomolskaya st., 620049,
Ekaterinburg, Russian Federation
phone: +7 (343) 375-35-83,
fax: +7 (343) 374-53-30
e-mail: dream-journal@mail.ru
<http://dream-journal.org>

Главный редактор: Смирнов Сергей Витальевич, д.т.н.
Заместитель главного редактора: **Сергей Викторович Гладковский, д.т.н.**
Заместитель главного редактора: **Евгений Юрьевич Просвиряков, д.ф.-м.н.**

Редакционный совет:

Буренин Анатолий Александрович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Горячева Ирина Георгиевна, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Грум Янез, Ph.D, (Республика Словения)
Лебедев Михаил Петрович, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)
Леонтьев Леопольд Игоревич, академик РАН, д.т.н. (Россия)
Ломакин Евгений Викторович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Матвеев Валерий Павлович, академик РАН, д.т.н. (Россия)
Махутов Николай Андреевич, член-корр. РАН, д.т.н. (Россия)
Морозов Никита Федорович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Москвичев Владимир Викторович, д.т.н. (Россия)
Панин Сергей Викторович, д.т.н. (Россия)
Фомин Василий Михайлович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Шао Вэнь-чжу, профессор (Китай)

Редакционная коллегия:

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва)
Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск)
Батаев Иван Анатольевич, д.т.н. (Новосибирск)
Беляев Александр Константинович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург)
Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)
Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург)
Дегтярь Владимир Григорьевич, академик РАН, д.т.н. (Миасс)
Емельянов Игорь Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Задворкин Сергей Михайлович, к.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Залазинский Александр Георгиевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Коновалов Анатолий Владимирович, д.т.н. (Екатеринбург)
Костин Владимир Николаевич, д.т.н. (Екатеринбург)
Любимова Татьяна Петровна, д.ф.-м.н. (Пермь)
Макаров Алексей Викторович, член-корр. РАН, д.т.н. (Екатеринбург)
Мионов Владимир Александрович, д.м.н. (Екатеринбург)
Михайлов Сергей Анатольевич, член-корр. АН РТ, д.ф.-м.н., (Казань)
Мулюков Радик Рафикович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Уфа)
Муравьев Виталий Васильевич, д.т.н. (Ижевск)
Ничипурук Александр Петрович, д.т.н. (Екатеринбург)
Плехов Олег Анатольевич, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Пермь)
Поволоцкая Анна Моисеевна, к.т.н. (Екатеринбург)
Пугачева Наталия Борисовна, д.т.н. (Екатеринбург)
Пышминцев Игорь Юрьевич, д.т.н. (Челябинск)
Ринкевич Анатолий Брониславович, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Саврай Роман Анатольевич, к.т.н. (Екатеринбург)
Смирнов Александр Сергеевич, к.т.н. (Екатеринбург)
Ульянов Александр Иванович, д.т.н. (Ижевск)
Худорожкова Юлия Викторовна, к.т.н. (Екатеринбург)

Верстакова Елена Евгеньевна – редактор перевода текста на английский язык
Верстакова Ольга Андреевна – редактор текста
Гариева Анна Валерьевна – верстальщик текста
Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора
Шакиров Рауль Нурувич, к.т.н. – администратор сайта журнала

Адрес редакции:

Россия, 620049, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, д. 34., ИМАШ УрО РАН
телефон: +7 (343) 375 35 83, факс +7 (343) 374-53-30
e-mail: dream-journal@mail.ru
<http://dream-journal.org>

CONTENTS

Khalilov R. I., Mamykin A. D., Okatev R. S., and Kolesnichenko I. V. The impact of flow induced by rotating magnetic fields on processes in a molten conductive medium	6
Mamykin A. D., Khalilov R. I., Golbraikh E., and Kolesnichenko I. V. Based on the temperature correlation principle, the use of a magnetic obstacle to generate pulsations in the flow measurement of a liquid metal coolant	17
Vorobyev V. L., Bykov P. V., Bystrov S. G., Kolotov A. A., and Bayankin V. Ya. The effect of the chemical activity of the implanted element to metal alloy components on the formation of surface layers under ion irradiation	29
Nazarov V. V. Selecting a dependence for the approximation of experimental data on secondary creep and creep rupture strength	44
Pugacheva N. B., Bykova T. M., Senaeva E. I., and Goruleva L. S. Thermophysical properties of a Cu–Ti–C–B SHS composite	50

СОДЕРЖАНИЕ

Халилов Р. И., Мамыкин А. Д., Окадьев Р. С., Колесниченко И. В. Влияние течения, вызванного действием вращающихся магнитных полей, на процессы в расплавленной электропроводной среде	6
Мамыкин А. Д., Халилов Р. И., Голбрайх Е., Колесниченко И. В. Применение магнитного препятствия для генерации пульсаций при расходомерии жидкометаллического теплоносителя, основанное на принципе температурных корреляций	17
Воробьев В. Л., Быков П. В., Быстров С. Г., Колотов А. А., Баянкин В. Я. Влияние химической активности имплантируемого элемента к компонентам металлических сплавов на формирование поверхностных слоев при ионном облучении	29
Назаров В. В. Выбор зависимости для аппроксимации экспериментальных данных по установившейся ползучести и длительной прочности	44
Пугачева Н. Б., Быкова Т. М., Сенаева Е. И., Горулева Л. С. Теплофизические свойства СВС композита Cu-Ti-C-B	50

Received: 31.03.2023

Revised: 22.05.2023



Accepted: 23.06.2023



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.006-016



THE IMPACT OF FLOW INDUCED BY ROTATING MAGNETIC FIELDS ON PROCESSES IN A MOLTEN CONDUCTIVE MEDIUM



R. I. Khalilov^{a)}, A. D. Mamykin^{b)}, R. S. Okatev^{c)}, and I. V. Kolesnichenko^{d), *}

*Institute of Continuous Media Mechanics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
1 Ak. Koroleva St., Perm, 614068, Russia*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0003-4244-4630>  khalilov@icmm.ru;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-8213-0260>  mad@icmm.ru;

^{c)}  <https://orcid.org/0000-0003-2741-1531>  okatev.r@icmm.ru;

^{d)}  <https://orcid.org/0000-0001-9378-5334>  kiv@icmm.ru

*Corresponding author. E-mail: kiv@icmm.ru

Address for correspondence: ul. Ak. Koroleva, 1, Perm, 614068, Russia

Tel.: +7 (342) 237-8387; fax: +7 (342) 237-8487

This paper studies a method of stirring liquid metal by the action of rotating magnetic fields using two ring inductors placed next to each other. These inductors generate magnetic fields rotating in opposite directions. The aim of this study is numerical investigation of the generated fluid flow and its impact on the homogenization of a two-phase medium, as well as on the crystallization process. The impact of these electromagnetic forces proves to cause the generation of intense poloidal flow component. The arising flow is accompanied by oscillatory motion of vortex structures and their interaction resulting in effective mixing of the liquid metal. The moderate values of the force parameter have been found to lead to the most homogeneous medium under stirring. Under non-stationary action, the force parameter modulations in a certain frequency range have practically no effect on the homogeneity occurrence time and the homogeneity value. The positive effect of stirring by magnetic fields of complex topology on the rate and homogeneity of metal solidification is stated. The obtained results are relevant for improving the quality of foundry ingots.

Keywords: electrodynamics of continua, magnetohydrodynamics, rotating magnetic field, electromagnetic stirring, crystallization

Acknowledgment

The work was performed according to government budget plan No. 122030200191-9 and supported by grants from the RFBR and Perm Krai, project No. 20-48-596015.

References

1. Kolesnichenko I., Pavlinov A., Golbraikh E., Frick P., Kapusta A., Mikhailovich B. The study of turbulence in MHD flow generated by rotating and traveling magnetic fields. *Experiments in Fluids*, 2015, vol. 56 (88). DOI: 10.1007/s00348-015-1957-z.
2. Moffatt H.K. Electromagnetic stirring. *Physics of Fluids A: Fluid Dynamics*, 1991, vol. 3 (5), pp. 1336–1343. DOI: 10.1063/1.858062.
3. Gelfgat Yu.M., Priede J. MHD flows in a rotating magnetic field (a review). *Magnetohydrodynamics*, 1995, vol. 31, Nos. 1–2, pp. 188–200.
4. Stiller J., Koal K., Nagel W., Pal J., Cramer A. Liquid metal flows driven by rotating and traveling magnetic fields. *European Physical Journal: Special Topics*, 2013, vol. 220, No. 1, pp. 111–122. DOI: 10.1140/epjst/e2013-01801-8.

5. Denisov S.A., Mann M.E., Khripchenko S.Y. MHD stirring of liquid metal in cylindrical mould with free surface. *Magnetohydrodynamics*, 1997, vol. 33, No. 3, pp. 306–314.
6. Nikrityuk P.A., Ungarish M., Eckert K., Grundmann R. Spin-up of a liquid metal flow driven by a rotating magnetic field in a finite cylinder: a numerical and an analytical study. *Physics of Fluids*, 2005, vol. 17 (6), pp. 067101. DOI: 10.1063/1.1897323.
7. Vogt T., Grants I., Räßiger D., Eckert S., Gerbeth G. On the formation of Taylor-Görtler vortices in RMF-driven spin-up flows. *Experiments in Fluids*, 2012, vol. 52, pp. 1–10. DOI: 10.1007/s00348-011-1196-x.
8. Brannover G.G., Tsynober A.B. *Magnitnaya gidrodinamika neszhimayemykh sred* [Magnetohydrodynamics of Incompressible Media]. Moscow, Nauka Publ., 1970, 379 c. (In Russian).
9. Frick P., Mandrykin S., Eltishchev V., Kolesnichenko I. Electro-vortex flows in a cylindrical cell under axial magnetic field. *Journal of Fluid Mechanics*, 2022, vol. 949, pp. A-20. DOI: 10.1017/jfm.2022.746.
10. Voller V.R., Prakash C. A fixed-grid numerical modeling methodology for convection-diffusion mushy region phase-change problems. *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 1987, vol. 30, iss. 8, pp. 1709–1719. DOI: 10.1016/0017-9310(87)90317-6.
11. Brent A.D., Voller V.R., Reid K.J. Enthalpy–porosity technique for modeling convection–diffusion phase change: application to the melting of a pure metal. *Numerical Heat Transfer*, 1988, vol. 13 (3), pp. 297–318. DOI: 10.1080/10407788808913615.

Подана в журнал: 31.03.2023



УДК 537.84



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.006-016



ВЛИЯНИЕ ТЕЧЕНИЯ, ВЫЗВАННОГО ДЕЙСТВИЕМ ВРАЩАЮЩИХСЯ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ, НА ПРОЦЕССЫ В РАСПЛАВЛЕННОЙ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОЙ СРЕДЕ



Р. И. Халилов^{а)}, А. Д. Мамыкин^{б)}, Р. С. Окатьев^{в)}, И. В. Колесниченко^{г)}, *

*Институт механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Академика Королева, 1, Пермь, 614068, Россия*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0003-4244-4630>  khalilov@icmm.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-8213-0260>  mad@icmm.ru;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0003-2741-1531>  okatev.r@icmm.ru;

^{г)}  <https://orcid.org/0000-0001-9378-5334>  kiv@icmm.ru

* Ответственный автор. Электронная почта: kiv@icmm.ru

Адрес для переписки: ул. Академика Королева 1, Пермь, 614068, Россия

Тел.: +7 (342) 237–83–87; факс: +7 (342) 237–84–87

В работе изучается способ перемешивания жидкого металла, состоящий в воздействии вращающимися магнитными полями с помощью двух расположенных рядом кольцевых индукторов. Один из них генерирует магнитное поле, вращающееся в одном направлении, а другой – в противоположном. Целью является численное изучение возникающего течения и его влияния на гомогенизацию двухфазной среды, а также на процесс кристаллизации. Обнаружено, что действие таких электромагнитных сил приводит к возникновению развитой интенсивной полоидальной компоненты течения. Возникающее течение сопровождается колебательным движением вихревых структур и взаимодействием между ними, приводящим к эффективному перемешиванию жидкого металла. Обнаружено, что умеренные значения силового параметра приводят к наиболее гомогенизованному составу среды при перемешивании. Получено, что при нестационарном воздействии модуляции силового параметра в некотором диапазоне частот практически не влияют на время выхода на гомогенное состояние и степень гомогенности. Установлено положительное влияние перемешивания магнитными полями комплексной топологии на темп и однородность застывания металла. Полученные результаты актуальны для повышения качества слитков при их литейном производстве.

Ключевые слова: электродинамика сплошных сред, магнитная гидродинамика, вращающееся магнитное поле, электромагнитное перемешивание, кристаллизация

1. Введение

Вращающиеся магнитные поля широко используются в литейном производстве для положительного влияния на структуру и однородность цилиндрических слитков в процессе кристаллизации. Их действие приводит к генерации интенсивных тороидальных турбулентных течений [1]. При этом использование только вращающегося магнитного поля приводит к квазитвердотельному вращающемуся течению жидкого металла. Такое течение в ячейке с твердыми торцевыми границами приводит к возникновению вторичного полоидального течения за счет т. н. экмановской подкачки [2], [3]. Основной проблемой в случае использования только вращающегося магнитного поля является слабая интенсивность полоидального течения, что приводит к неоднородности перемешивания. Один из способов интенсификации полоидального течения и, соответственно, перемешивания, состоит в добавлении бегущего

магнитного поля [4]. Это приводит к генерации интенсивных полоидальных турбулентных течений [1], [5]. Однако это позволяет реализовать только два типа течения с ограниченными возможностями управления их топологией. Также данная схема увеличивает размер и массу индуктора и ограничивает возможности изготовления разборного (по секциям) индуктора.

Еще одним подходом к улучшению перемешивания расплава является управление электропитанием индуктора для варьирования амплитуды полей. При этом генерируются нестационарные магнитные поля, что достигается модуляцией, сменой направления движения поля, либо чередованием включения и отключения питания. При этом возникает чередование разгона и торможения течения [6], что позволяет генерировать дополнительные моды течения за счет неустойчивости Тейлора–Гертлера [7]. Тем не менее описанными выше способами можно генерировать только классическое бегущее либо вращающееся магнитные поля. Одновременная реализация стационарных бегущего и вращающегося магнитных полей приводит к генерации спирального магнитного поля и электромагнитной силы сложной топологии, управлять которыми гораздо сложнее, чем бегущим или вращающимся полями по отдельности.

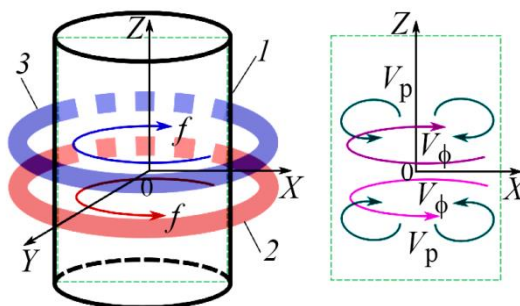


Рис. 1. Схематическое изображение конфигурации ячейки (слева) и генерируемого течения (справа): 1 – ячейка; 2, 3 – индукторы

Таким образом, проблема нахождения других способов усложнения топологии переменного магнитного поля и, как следствие, течения для достижения еще более эффективного перемешивания жидкого металла в цилиндрической ячейке является актуальной. В работе изучается способ перемешивания жидкого металла, состоящий в воздействии вращающимися магнитными полями с помощью двух расположенных рядом кольцевых индукторов (рис. 1). Один из них генерирует магнитное поле, вращающееся в одном направлении, а другой – в противоположном. Предполагается, что возникающие электромагнитные силы такой конфигурации будут создавать интенсивное сдвиговое течение с развитой турбулизацией потока. Преимуществом конструкции, которая реализует такие силы, является ее компактность по сравнению с традиционными аппаратами подобного типа. Она является разборной и состоит из секций. Такая структура позволяет интегрировать индукторы в существующие производственные процессы и аппараты без необходимости их модернизации и даже остановки. Целью работы является численное изучение возникающего течения и его влияния на гомогенизацию двухфазной среды, а также на процесс кристаллизации.

2. Материал и методика. Постановка задачи и методы решения

Математическая модель основана на уравнениях электродинамики сплошных сред, которые описывают процесс взаимодействия электрических и магнитных полей с движущимися электропроводными средами [8]. Электродинамическая часть математической модели основана на уравнениях Максвелла:

$$\nabla \times \mathbf{H} = \mathbf{j}_c, \quad (1)$$

$$\nabla \times \mathbf{E} = -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, \quad (2)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{B} = 0, \quad (3)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{E} = 0. \quad (4)$$

Закон Ампера (1) описывает генерацию исходного магнитного поля с помощью обмоток индуктора. Здесь \mathbf{j}_c – переменная плотность тока, который течет по обмоткам, \mathbf{H} – напряженность переменного магнитного поля, созданного током обмоток. Плотность тока меняется во времени с частотой f . Действие магнитного поля \mathbf{H} на объемы со средами, имеющими разные значения магнитной проницаемости μ , приводит к появлению в них намагниченности, что учитывается в выражении связи магнитной индукции и напряженности магнитного поля $\mathbf{B} = \mu\mu_0\mathbf{H}$. Для всех объемов, кроме ферромагнетиков, значение магнитной проницаемости μ слабо отличается от единицы. Магнитная проницаемость ферромагнетика является константой, равной $\mu = 3 \cdot 10^3$ Гн/м. Магнитные свойства внутри объемов являются однородными.

Переменное магнитное поле генерирует вихревое электрическое поле напряженностью \mathbf{E} , что описывается уравнением электромагнитной индукции (2). Уравнения (3) и (4) выражают условие соленоидальности электрического и магнитного полей. Ферромагнитные части индуктора изготовлены из тонких листов электротехнической стали, покрытых электроизолирующим лаком, а обмотки выполнены из тонкого провода, также имеющего электроизоляцию. Поэтому в работе пренебрегается генерацией вихревых токов в ферромагнетиках и обмотках. В объемах с жидким металлом и трубами этот процесс описывается законом Ома

$$\mathbf{j} = \sigma \mathbf{E}. \quad (5)$$

Наличие электрического тока и магнитного поля в электропроводной среде приводит к появлению объемной электромагнитной силы

$$\mathbf{f} = \mathbf{j} \times \mathbf{B}, \quad (6)$$

которую имеет смысл учитывать только в жидком металле. На границе между областями, в которых содержатся расплавленный металл и электропроводящие стенки каналов, ставятся граничные условия для нормальной и тангенциальной компонент плотности электрического тока:

$$j_{n1} = j_{n2}, \quad \sigma_2 j_{\tau 1} = \sigma_1 j_{\tau 2}, \quad (7)$$

где σ_i – электропроводность соответствующей среды. На границе между областями, в которых содержатся вещества, имеющие разные значения магнитной проницаемости, ставятся граничные условия для магнитной индукции:

$$B_{n1} = B_{n2}, \quad \mu_2 B_{\tau 1} = \mu_1 B_{\tau 2} \quad (8)$$

Течение электропроводящей среды в рамках принятого безындукционного приближения описывается уравнением Навье–Стокса с учетом действия электромагнитной силы (9), а также уравнением неразрывности (10):

$$\frac{\partial \mathbf{V}}{\partial t} + (\mathbf{V} \cdot \nabla) \mathbf{V} = -\frac{1}{\rho} \nabla P + \nu \Delta \mathbf{V} + \frac{1}{\rho} \mathbf{f}, \quad (9)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{V} = 0. \quad (10)$$

Здесь ν – кинематическая вязкость, а ρ – плотность жидкого металла. Для описания турбулентности используется стандартная $k-\omega$ модель. Выбор этой модели турбулентности обоснован ее успешным применением для решения задачи магнитной гидродинамики [9]. В ходе этих исследований выполнялась верификация по результатам экспериментов. В расчетах жидкость содержится в объеме, который представляет собой цилиндрический канал. На стенках канала ставится условие прилипания $\mathbf{V} = 0$. В качестве базового характерного значения действующих электромагнитных сил F_0 взято такое, которое обеспечивается питанием обмоток индуктора током в 1 А с частотой 50 Гц.

Для реализации вычислений электродинамической части задачи использовался модуль Emag конечно-элементного программного комплекса Ansys. С помощью данного подхода с использованием языка APDL реализованы многовариантные расчеты, в ходе которых для заданной частоты и силы тока на обмотках индуктора по выражениям (1)–(4) определялись вихревые электрическое и магнитное поля, поля плотности тока и электромагнитной силы по (5) и (6) при учете граничных условий (7) и (8). Для реализации вычислений гидродинамической части задачи использовался пакет Fluent программного комплекса Ansys. Вычисления гидродинамической части задачи проводились на основе уравнений (9) и (10) с помощью метода конечных объемов. Для количественного сравнения интенсивности полоидальной и азимутальной компонент поля скорости на каждом временном шаге вычисляется кинетическая энергия этих компонент:

$$E_{\text{pol}} = \int_V (v_r^2 + v_z^2) dV, E_{\text{az}} = \int_V v_\varphi dV,$$

где v_r и v_z – радиальная и аксиальная компоненты поля скорости, составляющие полоидальную компоненту, а v_φ – азимутальная компонента. Общая кинетическая энергия равна сумме энергий компонент $E_k = E_{\text{pol}} + E_{\text{az}}$.

3. Результаты и обсуждение

Расчеты показали, что во всем диапазоне силовых параметров, для которых проводились исследования, сценарий развития течения следующий. Вначале формируется азимутально симметричное поле скорости, при этом интенсивность его кинетической энергии нарастает (рис. 2 а). Затем кинетическая энергия достигает стационарного значения, которое при большой величине силового параметра $F = F_0$ сопровождается пульсациями, заметными на графиках эволюции кинетической энергии (рис. 2 б). Поля для малой величины силового параметра $F = 0,01F_0$ позволяют ясно различить картину полоидальной и азимутальной компонент формирующегося течения. При большом значении силового параметра $F = F_0$ вначале формируется набор вихрей, масштаб которых соответствует размеру каждого кольца обмоток вращающегося поля. Затем формируется нестационарное колебательное течение сложной формы. Таким образом, использование встречных вращающихся магнитных полей существенно усложняет вид азимутального и полоидального течений в цилиндрическом объеме электропроводной среды. Возникающее течение сопровождается колебательным движением вихревых структур и взаимодействием между ними. Это приводит к эффективному перемешиванию жидкого металла.

Исследовано влияние процесса электромагнитного перемешивания на поведение неэлектропроводной пассивной примеси. В каждом расчете задавалась сферическая область с примесью в центральной части цилиндрического канала (рис. 3). Электромагнитное пере-

мешивание в той или иной степени гомогенизирует состав этой двухфазной среды. В исследуемом диапазоне значений силового параметра F интенсивность перемешивающего течения была такова, что на процесс гомогенизации диффузия не оказывала существенного влияния. Степень гомогенности определялась через интегральный параметр однородности

$$T = \int_V (C - C^*) dV,$$

который показывает отклонение текущего состояния поля примеси C от однородного C^* в объеме со средой V . Чем меньше этот критерий, тем однороднее двухфазная среда. Обнаружено, что умеренные значения силового параметра приводят к наиболее гомогенизированному составу среды при перемешивании (рис. 4). Время выхода на стационарное значение степени гомогенности среды снижается с увеличением силового параметра F .

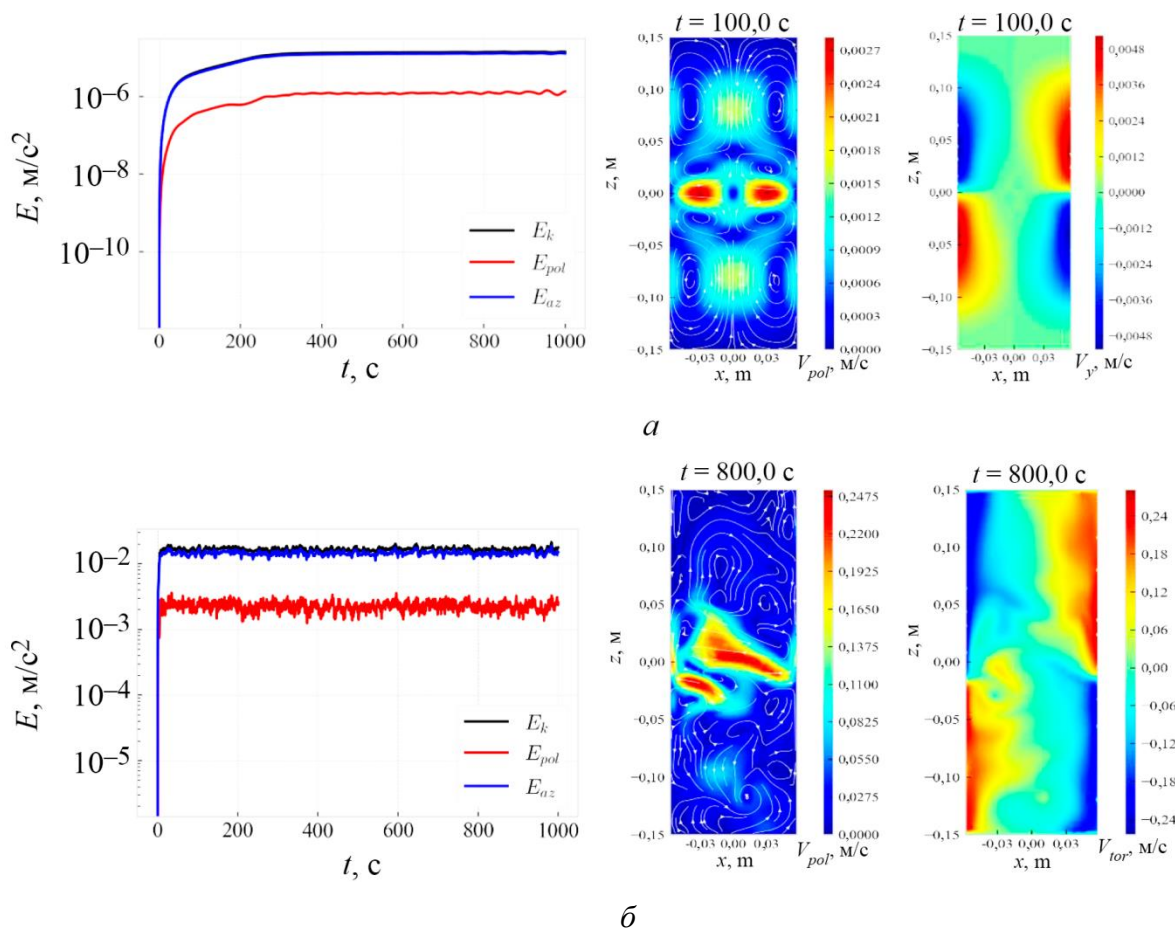


Рис. 2. Эволюция энергии (слева), распределение полоидальной (в центре) и тороидальной (справа) компонент скорости: *a* – малая величина силового параметра ($F = 0,01F_0$), *б* – большая величина силового параметра ($F = F_0$)

Исследовано влияние нестационарности силового воздействия на поведение пассивной примеси. Обнаружено, что при нестационарном воздействии модуляции силового параметра в некотором диапазоне частот практически не влияют на время выхода на гомогенное состояние и степень гомогенности (рис. 5, 6). Модуляции питания не улучшают процесс перемешивания, но и не ухудшают его. Тем не менее этот результат является чрезвычайно важным. Он показывает, что использование модуляции позволяет существенно экономить

энергию, необходимую для питания индуктора при применении технологии на металлургическом производстве.

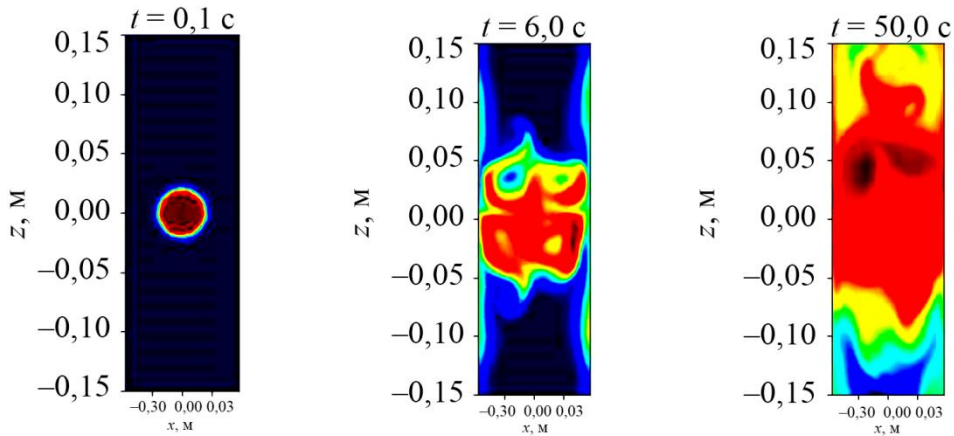


Рис. 3. Эволюция поля концентрации пассивной примеси в вертикальном аксиальном сечении при $F = F_0$

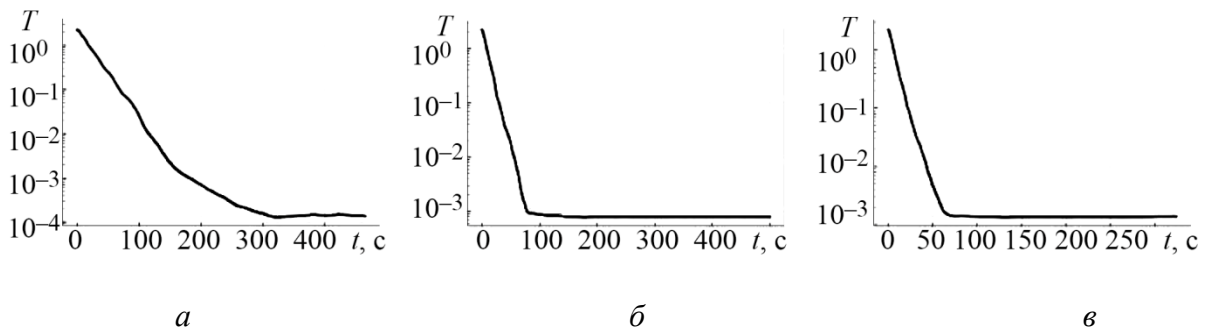


Рис. 4. Зависимости параметра однородности от времени для разных значений силового параметра: $F = 0,1F_0$ (а); $F = 0,5F_0$ (б); $F = F_0$ (в)

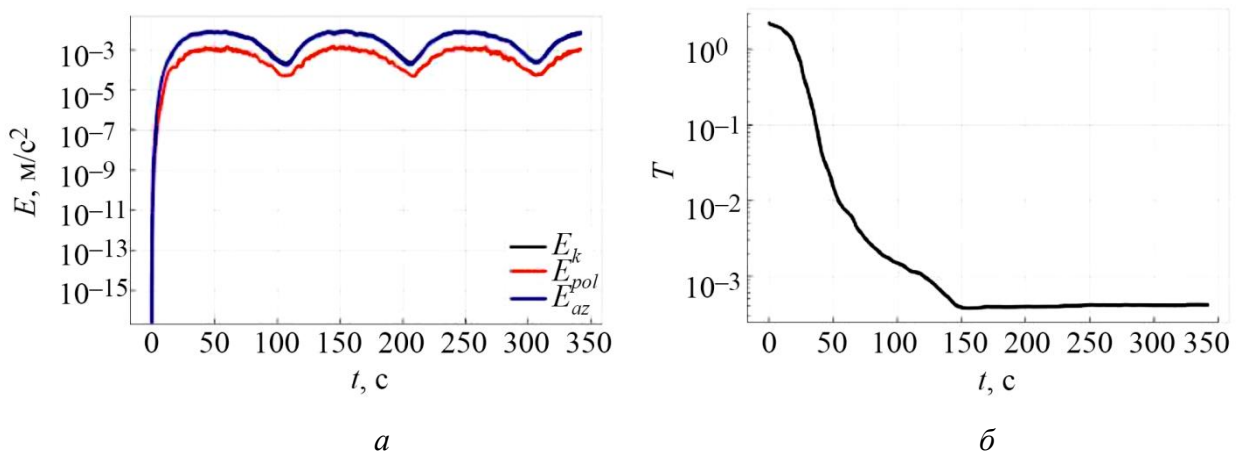


Рис. 5. Эволюция кинетической энергии (а) и зависимость параметра однородности от времени (б); период модуляции 100 с

Исследовано влияние описанного выше течения на процесс кристаллизации жидкого металла. Для моделирования процесса кристаллизации использована методика, в которой твердожидкая фаза моделируется с помощью пористой среды [10, 11]. Обнаружено, что при увеличении интенсивности перемешивания, т. е. при увеличении величины силового пара-

метра, происходит снижение темпа кристаллизации за счет более интенсивного выравнивания поля температуры (рис. 7). На этой диаграмме синий цвет соответствует твердой фазе. Анализ диаграмм показывает, что глубина промерзания (расстояние, на котором граница будет стабилизирована) также определяется интенсивностью перемешивания и уменьшается с ростом этой интенсивности. В случае слабой интенсивности перемешивания обнаружено наличие длинноволнового колебательного режима, при котором общая кинетическая энергия, а также граница раздела фаз колеблется вблизи равновесного положения (рис. 8–11).

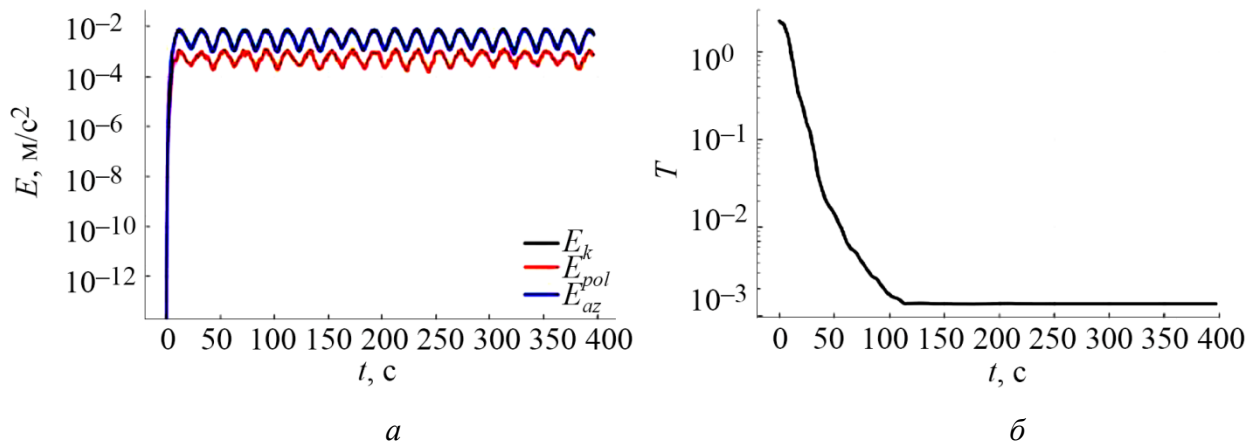


Рис. 6. Эволюция кинетической энергии (а) и зависимость параметра однородности от времени (б); период модуляции 20 с

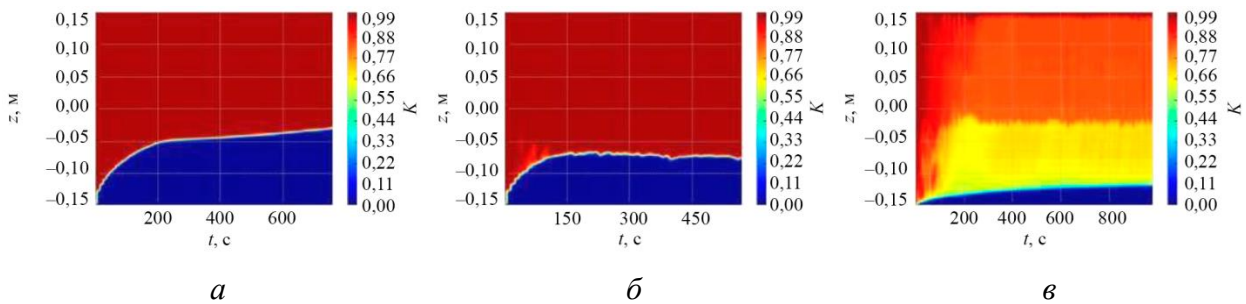


Рис. 7. Эволюционная диаграмма аксиального профиля, характеризующего фазу, для разных значений силового параметра: $F = 0,01F_0$ (а); $F = 0,1F_0$ (б); $F = F_0$ (в)

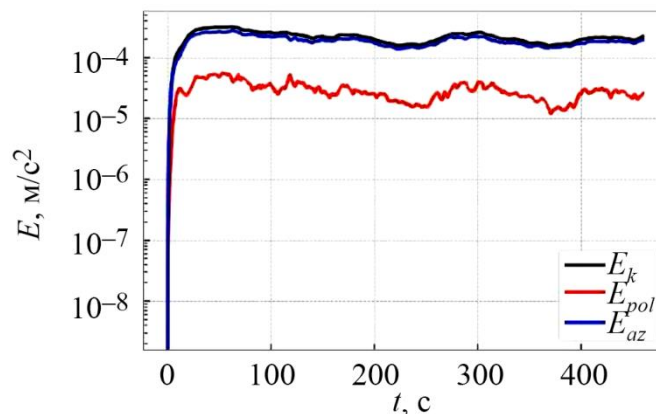


Рис. 8. Эволюция кинетической энергии в длинноволновом колебательном режиме

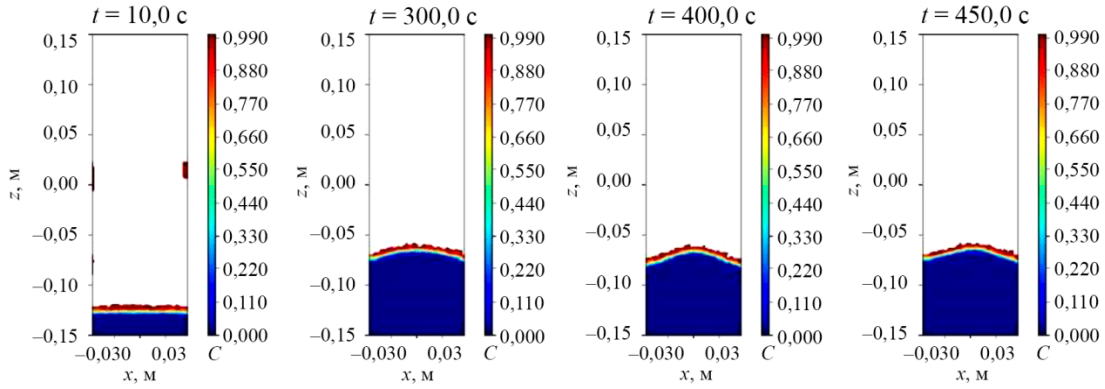


Рис. 9. Пример эволюции межфазной границы в вертикальном аксиальном сечении

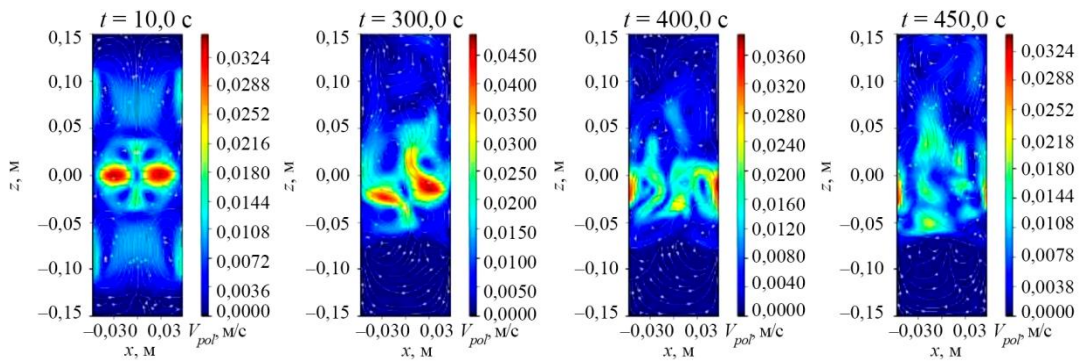


Рис. 10. Пример эволюции полоидальной компоненты скорости в вертикальном аксиальном сечении

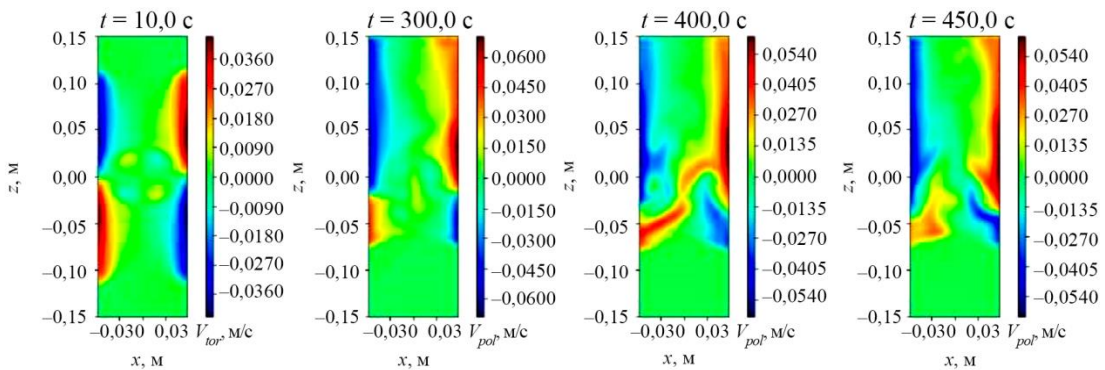


Рис. 11. Пример эволюции азимутальной компоненты скорости в вертикальном аксиальном сечении

4. Заключение

Исследования показали, что режим с аксиальным чередованием направления вращения магнитного поля существенно усложняет вид азимутального и полоидального течений. Это приводит к возникновению развитой интенсивной полоидальной компоненты течения. Возникающее течение сопровождается колебательным движением вихревых структур и взаимодействием между ними. Это приводит к эффективному перемешиванию жидкого металла. Обнаружено, что умеренные значения силового параметра приводят к наиболее гомогенизированному составу среды при перемешивании. Время выхода на стационарное значение степени гомогенности среды снижается с увеличением силового параметра. Обнаружено, что при нестационарном воздействии модуляции силового параметра в некотором диапазоне ча-

стот практически не влияют на время выхода на гомогенное состояние и степень гомогенности. Найдены характеристики процесса в зависимости от режима перемешивания. Установлено положительное влияние перемешивания магнитными полями данного вида на скорость кристаллизации жидкого металла.

Благодарность

Работа выполнена в соответствии с госбюджетным планом № 122030200191-9 при поддержке гранта Российского Фонда Фундаментальных Исследований и Пермского края (проект р_НОЦ_Пермский край № 20-48-596015).

Литература

1. The study of turbulence in MHD flow generated by rotating and traveling magnetic fields / I. Kolesnichenko, A. Pavlinov, E. Golbraikh, P. Frick, A. Kapusta, B. Mikhailovich // Experiments in Fluids. – 2015. – Vol. 56 (88). – DOI: 10.1007/s00348-015-1957-z.
2. Moffatt H. K. Electromagnetic stirring // Physics of Fluids A: Fluid Dynamics. – 1991. – Vol. 3 (5). – P. 1336–1343. – DOI: 10.1063/1.858062.
3. Gelfgat Yu. M., Priede J. MHD flows in a rotating magnetic field (a review) // MagnetoHydrodynamics. – 1995. – Vol. 31, Nos. 1–2. – P. 188–200.
4. Liquid metal flows driven by rotating and traveling magnetic fields / J. Stiller, K. Koal, W. Nagel, J. Pal, A. Cramer // European Physical Journal: Special Topics. – 2013. – Vol. 220, No. 1. – P. 111–122. – DOI: 10.1140/epjst/e2013-01801-8.
5. Denisov S. A., Mann M. E., Khripchenko S. Y. MHD stirring of liquid metal in cylindrical mould with free surface // MagnetoHydrodynamics. – 1997. – Vol. 33, No 3. – P. 306–314.
6. Spin-up of a liquid metal flow driven by a rotating magnetic field in a finite cylinder: a numerical and an analytical study / P. A. Nikrityuk, M. Ungarish, K. Eckert, R. Grundmann // Physics of Fluids. – 2005. – Vol. 17 (6). – P. 067101. – DOI: 10.1063/1.1897323.
7. On the formation of Taylor-Görtler vortices in RMF-driven spin-up flows / T. Vogt, I. Grants, D. Rübiger, S. Eckert, G. Gerbeth // Experiments in Fluids. – 2012. – Vol. 52. – P. 1–10. – DOI: 10.1007/s00348-011-1196-x.
8. Брановер Г. Г., Цинобер А. Б. Магнитная гидродинамика несжимаемых сред. – М.: Наука, 1970. – 379 с.
9. Electro-vortex flows in a cylindrical cell under axial magnetic field / P. Frick, S. Mandrykin, V. Eltishchev, I. Kolesnichenko // Journal of Fluid Mechanics. – 2022. – Vol. 949. – P. A-20. – DOI: 10.1017/jfm.2022.746.
10. Voller V. R., Prakash C. A fixed-grid numerical modeling methodology for convection-diffusion mushy region phase-change problems // International Journal of Heat and Mass Transfer. – 1987. – Vol. 30, iss. 8. – P. 1709–1719. – DOI: 10.1016/0017-9310(87)90317-6.
11. Brent A. D., Voller V. R., Reid K. J. Enthalpy-porosity technique for modeling convection-diffusion phase change: application to the melting of a pure metal // Numerical Heat Transfer. – 1988. – Vol. 13 (3). – P. 297–318. – DOI: 10.1080/10407788808913615.

Received: 31.03.2023

Revised: 22.05.2023

Accepted: 23.06.2023









DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.017-028

**BASED ON THE TEMPERATURE CORRELATION PRINCIPLE,
THE USE OF A MAGNETIC OBSTACLE TO GENERATE PULSATI
ONS IN THE FLOW MEASUREMENT OF A LIQUID METAL COOLANT**

A. D. Mamykin^{1, a), *}, R. I. Khalilov^{1, b)}, E. Golbraikh^{2, c)}, and I. V. Kolesnichenko^{1, d)}

¹*Institute of Continuous Media Mechanics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
1 Ak. Koroleva St., Perm, 6140013, Russia*

²*Department of Physics, Ben-Gurion University of the Negev,
P.O. Box 653, Beer-Sheva, 84105, Israel*

- a)  <https://orcid.org/0000-0001-8213-0260>  mad@icmm.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0003-4244-4630>  halilov@icmm.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0002-3678-7322>  golbref@bgu.ac.il;
d)  <https://orcid.org/0000-0001-9378-5334>  kiv@icmm.ru

*Corresponding author. E-mail: mad@icmm.ru

Address for correspondence: ul. Ak. Koroleva, 1, Perm, 1614013, Russia

Tel.: +7 (342) 237-8387; fax: +7 (342) 237-8487

A promising method for determining the flow rate of a liquid metal coolant is the temperature correlation method (TCM) since it does not require calibration. However, being indirect, it has a number of limitations to be carefully studied. A magnetic obstacle is used as a temperature pulsation generator. The paper presents the results of a numerical study on the influence of the size of a magnetic obstacle and its activity ratio, as well as effect of the temperature difference between the liquid metal and the environment, on the performance and accuracy of the TCM. The main criteria influencing the operation of the method are identified, namely the extent and spatial position of the vorticity and mixing zones.

Keywords: flow measurement, flow meter, magnetic obstacle, liquid metals, coolant, turbulence, thermocouple measurements, numerical calculation, modeling, cross-correlation

Acknowledgment

The work was performed according to government budget plan No. 122030200191-9 and financially supported by the Perm Krai Government within the scientific project entitled The Development of Systems for Measuring the Flow of Liquid Metal in Ducts of Metallurgical and Nuclear Power Facilities.

References

1. Eckert S., Buchenau D., Gerbeth G., Stefani F. & Weiss F.-P. Some recent developments in the field of measuring techniques and instrumentation for liquid metal flows. *Journal of Nuclear Science and Technology*, 2011, vol. 48, No. 4, pp. 490–498. DOI: 10.1080/18811248.2011.9711724.
2. Pavlinov A., Khalilov R., Mamykin A., Kolesnichenko I. Electromagnetic flowmeter for wide-temperature range intensive liquid metal flows. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2019, vol. 581, pp. 012011. DOI: 10.1088/1757-899X/581/1/012011.

3. Ratajczak M., Hernández D., Richter T., Otte D., Buchenau D., Krauter N., Wondrak T. Measurement techniques for liquid metals. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2017, vol. 228, pp. 012023. DOI: 10.1088/1757-899X/228/1/012023.
4. Li X., Yao X., Wang C., Zhu L. An improved electromagnetic flowmeter. *Journal of Physics: Conference Series*, 2020, vol. 1584, pp. 012068. DOI: 10.1088/1742-6596/1584/1/012068.
5. Kolesnichenko I., Khalilov R., Shestakov A., Frick P. ICMM's two-loop liquid sodium facility. *Magnetohydrodynamics*, 2016, vol. 52, Nos. 1–2, pp. 87–94. DOI: 10.22364/mhd.52.1-2.11.
6. Khalilov R., Kolesnichenko I., Mamykin A., Pavlinov A. A combined liquid sodium flow measurement system. *Magnetohydrodynamics*, 2016, vol. 52, Nos. 1–2, pp. 53–60. DOI: 10.22364/mhd.52.1-2.7.
7. Taylor G.I. The spectrum of turbulence. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A – Mathematical and Physical Sciences*, 1938, vol. 164, No. 919, pp. 476–490. DOI: 10.1098/rspa.1938.0032.
8. Benkert J., Mika C., Raes K.H., Stegemann D. Determination of thermocouple transfer-functions and fluid-flow velocities by temperature-noise measurements in liquid sodium. *Progress of Nuclear Energy*, 1977, vol. 1, iss. 2–4, pp. 553–563. DOI: 10.1016/0149-1970(77)90105-6.
9. Belyaev I.A., Razuvanov N.G., Sviridov V.G., Zagorsky V.S. Temperature correlation velocimetry technique in liquid metals. *Flow Measurement and Instrumentation*, 2017, vol. 55, pp. 37–43. DOI: 10.1016/j.flowmeasinst.2017.05.004.
10. Votyakov E.V., Kassinos S.C. On the analogy between streamlined magnetic and solid obstacles. *Physics of Fluids*, 2009, vol. 21, iss. 9, pp. 097102. DOI: 10.1063/1.3231833.
11. Cuevas S., Smolentsev S., Abdou M. On the flow past a magnetic obstacle. *Journal of Fluid Mechanics*, 2006, vol. 553, pp. 227–252. DOI: 10.1017/S0022112006008810.
12. Votyakov E., Zienicke E., Kolesnikov Yu. Constrained flow around a magnetic obstacle. *Journal of Fluid Mechanics*, 2008, vol. 610, pp. 131–156. DOI: 10.1017/S0022112008002590.
13. Votyakov E.V., Kolesnikov Yu., Andreev O., Zienicke E., Thess A. Structure of the wake of a magnetic obstacle. *Physical Review Letters*, 2007, vol. 98, pp. 144504. DOI: 10.1103/PhysRevLett.98.144504.
14. Kenjereš S., Ten Cate S., Voesenek C.J. Vortical structures and turbulent bursts behind magnetic obstacles in transitional flow regimes. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, 2011, vol. 32, iss. 3, pp. 510–528. DOI: 10.1016/j.ijheatfluidflow.2011.02.011.
15. Kenjereš S. Energy spectra and turbulence generation in the wake of magnetic obstacles. *Physics of Fluids*, 2012, vol. 24, iss. 11, pp. 115111. DOI: 10.1063/1.4767726.
16. Kenjereš S., Verdoold J., Tummers M. J., Hanjalić K., Kleijn C. R. Numerical and experimental study of electromagnetically driven vortical flows. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, 2009, vol. 30, iss. 3, pp. 494–504. DOI: 10.1016/j.ijheatfluidflow.2009.02.014.
17. Zhang X., Huang H. Effect of magnetic obstacle on fluid flow and heat transfer in a rectangular duct. *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 2014, vol. 51, pp. 31–38. DOI: 10.1016/j.icheatmasstransfer.2014.01.011.
18. Votyakov E.V., Kassinos S.C. Core of the magnetic obstacle. *Journal of Turbulence*, 2010, vol. 11, article No. 49. DOI: 10.1080/14685248.2010.524220.
19. Kolesnichenko I., Mamykin A., Golbraikh E., Pavlinov A. Application of the temperature correlation method to measuring the flow rate of liquid sodium. *Magnetohydrodynamics*, 2021, vol. 57, No. 4, pp. 547–557. DOI: 10.22364/mhd.57.4.9.

Подана в журнал: 31.03.2023

УДК 537.84, 532.57.08









DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.017-028

ПРИМЕНЕНИЕ МАГНИТНОГО ПРЕПЯТСТВИЯ ДЛЯ ГЕНЕРАЦИИ ПУЛЬСАЦИЙ ПРИ РАСХОДОМЕТРИИ ЖИДКОМЕТАЛЛИЧЕСКОГО ТЕПЛОНОСИТЕЛЯ, ОСНОВАННОЕ НА ПРИНЦИПЕ ТЕМПЕРАТУРНЫХ КОРРЕЛЯЦИЙ

А. Д. Мамыкин^{1, а), *}, Р. И. Халилов^{1, б)}, Е. Голбрайх^{2, в)}, И. В. Колесниченко^{1, г)}

¹Институт механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук, Пермь, Россия

²Университет имени Давида Бен-Гуриона в Негеве, п/я № 653, Беэр-Шева, 84105, Израиль

- ^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-8213-0260>  mad@icmm.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0003-4244-4630>  halilov@icmm.ru;
^{в)}  <https://orcid.org/0000-0002-3678-7322>  golbref@bgu.ac.il;
^{г)}  <https://orcid.org/0000-0001-9378-5334>  kiv@icmm.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: mad@icmm.ru

Адрес для переписки: ул. Академика Королева, 1, Пермь, 614013, Россия

Тел.: +7 (342) 237–83–87; факс: +7 (342) 237–84–87

Перспективным методом определения расхода жидкометаллического теплоносителя является метод температурных корреляций (МТК) в силу того, что он не требует калибровки. Однако, являясь косвенным, он имеет ряд ограничений, подлежащих тщательному изучению. В качестве генератора пульсаций температуры используется магнитное препятствие. В статье приводятся результаты численного исследования влияния размера магнитного препятствия и его интенсивности воздействия, а также перепада температуры между жидким металлом и внешней средой на работоспособность и точность МТК. Выявлены основные критерии, влияющие на работу метода, а именно: протяженность и положение в пространстве зон завихренности и смешения.

Ключевые слова: измерение расхода, расходомер, магнитное препятствие, жидкие металлы, теплоноситель, турбулентность, термодарные измерения, численный счет, моделирование, кросскорреляция

1. Введение

Измерения скорости в жидких металлах представляют собой сложную задачу из-за непрозрачности и агрессивности таких сред. Различные методы, обычно используемые для измерения скорости потока, неприменимы в жидких металлах или требуют значительной модификации [1, 2].

В настоящее время различные исследовательские группы работают над разработкой и исследованием расходомеров для жидких металлов [3, 4]. Например, нам нужны такие расходомеры для натриевых контуров [5]. Опыт показывает, что расходомеры с жестким каналом и без движущихся частей лучше всего подходят для использования в чистом жидком натрии [2, 6]. Поэтому мы исключили из рассмотрения ультразвуковые кориолисовы расходомеры с вращающимся рабочим телом. Наиболее удобными для наших целей оказались кондукционные и индукционные расходомеры. Обычно они надежно работают при высоких расходах, но их точность падает при измерении медленных течений. Эта проблема может быть решена путем применения расходомера, работающего на методе температурной корреляции сигналов, который демонстрирует высокую чувствительность даже при малых расходах. Однако для адекватной работы такого устройства необходимо наличие в потоке pulsa-

ций температуры. Такие пульсации присутствуют во многих технологических каналах, но есть риск, что они рассеются и потеряют свою интенсивность к моменту прохождения через расходомер.

Таким образом, необходимым условием работы МТК является наличие в жидкой среде температурных неоднородностей, которые перемещаются вместе с потоком. Проходя последовательно через два датчика температуры, они вызывают всплески сигналов на этих датчиках с некоторой задержкой по времени. Используя кросскорреляционный анализ, можно узнать величину этой задержки и определить среднюю в объеме и за некоторый промежуток времени скорость потока в пространстве между датчиками. Метод температурных корреляций основан на гипотезе Тейлора о том, что температурные возмущения «вморожены» в течение жидкой среды при достаточном уровне турбулентности [7]. При этом уровень турбулентности не должен быть большим. Величины интенсивности колебаний температуры и скорости также важны. Все это накладывает ограничения на метод и является предметом исследования.

Метод температурных корреляций является интуитивным и возникает естественным образом в задачах с множеством точек измерения температуры жидкой среды. Его серьезное развитие было связано с исследованиями в атомной отрасли в 1970-х годах [8]. Данный метод является абсолютным, а также, что немаловажно, нечувствительным к магнитным полям [9].

Одним из перспективных способов генерации пульсаций температуры, используемым в данной работе, является применение магнитного препятствия. Его преимущество состоит в неинвазивности, т. е. в отсутствии необходимости в физических турбулизаторах потока (изгибах трубопровода, твердых препятствиях, внедренных внутрь канала и т. п.), а также в использовании естественного градиента температуры, возникающего за счет большего различия в температуре жидкого металла и внешней среды, окружающей трубопровод. Магнитное препятствие в этом случае тормозит поток в центральной области канала и служит причиной обтекания с большой интенсивностью течения по периферии канала, которое охлаждается его стенками, а затем вмешивается в основной поток, создавая зону смешения потоков разной температуры (а значит и пульсации температуры).

Рассмотрим этот процесс с магнитогидродинамической точки зрения. Предположим, что поток жидкого металла в исследуемом цилиндрическом канале пронизан локализованным постоянным магнитным полем, перпендикулярным потоку. Тогда это приведет к генерации электрического тока в этой области. В свою очередь, взаимодействие этого индуцированного тока и внешнего магнитного поля порождает электромагнитную силу, направленную против потока. Это приводит к ситуации, аналогичной обтеканию твердого препятствия в канале [10]. Поэтому процесс получил название «обтекание магнитного препятствия». Этот процесс изучался как в плоских слоях [11], так и в каналах [12-15], и в прямоугольных участках [16, 17].

В серии публикаций Вотякова и др. [12, 13], а также Вотякова и Кассиноса [10, 18] была очень подробно изучена структура следа за магнитным препятствием. Показано, что стационарные картины течения за магнитным препятствием и внутри него имеют значительно более сложный характер, чем за твердым препятствием. Помимо числа Рейнольдса $Re = V_0 D / \nu$, магнитогидродинамический поток характеризуется параметром магнитного взаимодействия (числом Стюарта) $N = \sigma D B^2 / \rho V_0$, где D , V_0 и B – характерные размер, скорость и величина приложенного магнитного поля, а ρ , ν и σ – плотность, вязкость и электропроводность жидкого металла соответственно. Параметр N характеризует отношение силы Лоренца к силам инерции. В зависимости от соотношения между параметрами N и Re реализуются различные режимы течения. Например, в случае течения в плоском слое возникают три режима: безвихревой, при котором силы вязкости преобладают над силой Лоренца; с двумя «магнитными» вихрями, при котором сила Лоренца большая, а силы инерции малы; шести-

вихревой, при котором силы Лоренца и инерции доминируют над вязкой силой. Такая, наиболее сложная, топология течения включает три пары вихрей: «магнитные» (в пределах магнитного препятствия), соединительные (в ближнем следе) и присоединенные (в дальнем следе) [13].

Важность трехмерной постановки задачи при ее численном исследовании даже для плоского слоя подчеркивается в статье [10], где говорится, что для разрешения таких топологических особенностей течения за магнитным препятствием, как рециркуляции, представляющие собой трехмерные спиральные структуры, необходим трехмерный численный подход.

Большое значение также имеет величина области магнитного воздействия (размеры магнита). Как было показано в работе Вотякова [12], для магнита, перекрывающего всю полость, вихрей не возникает вплоть до критических значений параметра N (для $N < N_c = 100$). Максимально разнообразная топология (6 вихрей) наблюдается для магнита, занимающего почти половину ($2/5$) полости. В случае т.н. магнитного лезвия (магнит составляет $1/50$ полости) возникают два вихря вокруг него, и дальше поток почти не возмущен.

В работе Кеньереша [15] для плоского слоя были подробно исследованы механизмы образования турбулентных пульсаций температуры и скорости и их локализация. Было показано, что даже в отсутствие внешнего сильного градиента температуры долговременные осредненные поля турбулентности (по скорости и температуре) выявили области, в которых происходит производство турбулентной кинетической энергии и производство температурной дисперсии. Несмотря на то, что температура является пассивной скалярной величиной, наблюдалось сильное несходство между механизмами образования. В то время как пики производства турбулентной кинетической энергии расположены вблизи горизонтальных стенок, пики производства дисперсии температуры находятся в центральной области канала. Профили турбулентных напряжений и турбулентных потоков тепла в центральной горизонтальной плоскости выявили наличие анизотропной турбулентности и контраградиентной диффузии турбулентных потоков тепла. Таким образом, для расходомера, работающего на МТК, важно правильно подобрать расположение датчиков, фиксирующих пульсации температур.

В нашей предыдущей статье [19] были проведены экспериментальные и численные исследования устойчивости метода температурных корреляций в диапазоне чисел Рейнольдса от $3,4 \cdot 10^3$ до $3,4 \cdot 10^4$. Было показано, что большое значение для МТК имеет правильный выбор места расположения датчика температуры в зависимости от целевого расхода. Расчеты показали, что при больших расходах в потоке есть участки, где пульсации температуры отстают от течения, поэтому гипотеза Тейлора работает плохо. Для возможности измерения скорости методом температурных корреляций при больших расходах термодатчики должны располагаться на большом расстоянии от магнита, или необходима дополнительная калибровка. В начале зоны смешения наблюдается сильно неравномерное распределение скоростей в вертикальном сечении, что приводит к сильным колебаниям ближе к оси трубы. Флуктуации скорости большой амплитуды отрицательно сказываются на точности МТК. Однако влияние величины и топологии магнитного поля, равно как и температурного режима, на работоспособность и точность метода не были изучены. Поэтому целью настоящей статьи является численное исследование влияния размера магнитного препятствия и его интенсивности воздействия, а также перепада температуры между жидким металлом и внешней средой на работоспособность и точность метода температурных корреляций.

2. Постановка задачи и методы решения

Численное исследование технологических процессов выполняется с помощью математической модели, сформулированной в рамках магнитной гидродинамики (МГД). Электродинамическая часть задачи описывается системой уравнений Максвелла. На их основе,

с учетом закона Ома для движущихся электропроводных сред, формулируется уравнение переноса магнитного поля

$$\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \mathbf{B} = \frac{1}{\mu \sigma} \nabla^2 \mathbf{B} + (\mathbf{B} \cdot \nabla) \mathbf{v}, \quad (1)$$

где \mathbf{v} – вектор скорости, μ – магнитная проницаемость, а σ – электропроводность среды. Задача решается с помощью разложения магнитного поля на стационарную составляющую и индуцированное поле: $\mathbf{B} = \mathbf{B}_0 + \mathbf{b}$. Получаем следующее уравнение для индуцированного поля \mathbf{b} и индуцированного тока \mathbf{j} :

$$\frac{\partial \mathbf{b}}{\partial t} + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \mathbf{b} = \frac{1}{\mu \sigma} \nabla^2 \mathbf{b} + ((\mathbf{B}_0 + \mathbf{b}) \cdot \nabla) \mathbf{v} - (\mathbf{v} \cdot \nabla) \mathbf{B}_0, \quad (2)$$

$$\mathbf{j} = \frac{1}{\mu} \nabla \times \mathbf{B}. \quad (3)$$

Течение вязкой электропроводной среды описывается уравнениями Навье-Стокса и уравнением неразрывности:

$$\frac{\partial \mathbf{v}}{\partial t} + (\mathbf{v} \cdot \nabla) \mathbf{v} = -\frac{\nabla p}{\rho} + \nu \Delta \mathbf{v} + \frac{\mathbf{f}_L}{\rho}, \quad (4)$$

$$\nabla \cdot \mathbf{v} = 0, \quad (5)$$

где p – давление, ρ – плотность среды. Последнее слагаемое в (4) есть объемная сила Лоренца $\mathbf{f}_L = \mathbf{j} \times \mathbf{B}$, которая обуславливает генерацию МГД-процесса. Магнитное число Рейнольдса в этом процессе мало, поэтому перенос магнитного поля потоком незначителен.

Использована LES-модель турбулентности в формулировке Смагоринского. Среднее расстояние между узлами сетки было 3 мм, а шаг по времени составлял 0,01 с. Таким образом, число Куранта в расчетах не превышало 1, а для не возмущенного магнитным полем потока составляло 0,33.

Все гидродинамические и термодинамические расчеты выполнены в пакете Fluent с добавлением самостоятельно написанных на языке C++ модулей через механизм «user-defined function». Для моделирования магнитогидродинамических процессов использовался МГД-модуль пакета Fluent. Все описанные процедуры и алгоритмы выполнены в многопроцессорном варианте. Вычисление проводилось на 12-ти процессорах (в соответствии с имеющейся лицензией).

Проведены трехмерные расчеты течения жидкой среды в цилиндрическом канале длиной 1 м и диаметром 0,068 м. Такие геометрические параметры были выбраны для соответствия действующему расходомеру, установленному на натриевый контур в ИМСС УрО РАН [19]. Параметры жидкой среды соответствовали металлическому натрию при температуре 423 К, а именно $\rho = 915 \text{ кг/м}^3$, $\nu = 59,4 \cdot 10^{-8} \text{ м}^2/\text{с}$, $\sigma = 9 \text{ МСм/м}$, протекающему по цилиндрическому каналу длиной $L = 1 \text{ м}$ и диаметром $D = 0,068 \text{ м}$. Температура и скорость (расход) на входе в канал фиксировались и составляли $T_0 = 423 \text{ К}$ и $V_0 = 0,1 \text{ м/с}$ (на оси цилиндра). Число Рейнольдса, таким образом, составляло $1,15 \cdot 10^4$. Варьировались диаметр магнита d (от 0,02 до 0,1 м), величина магнитного поля B (от 0,08 до 1,3 Тл) и температура стенки T_c (от 250 до 400 К). Или в безразмерных величинах: $k = d/D$ (от 0,3 до 1,2), N (от 40 до $1,14 \cdot 10^4$) и $\theta = T_c/T_0$ (от 0,6 до 0,9).

Расчетная область и система координат приведены на рис. 1. Центр магнита расположен на оси Z в координате $-0,07$, а область действия его магнитных сил обозначена пунктир-

ной областью; ось Z направлена вдоль потока сонаправленно с ним. Голубыми точками отмечены виртуальные датчики температуры – точки, для которых сохранялись эволюции температуры и скорости с частотой 10 Гц.

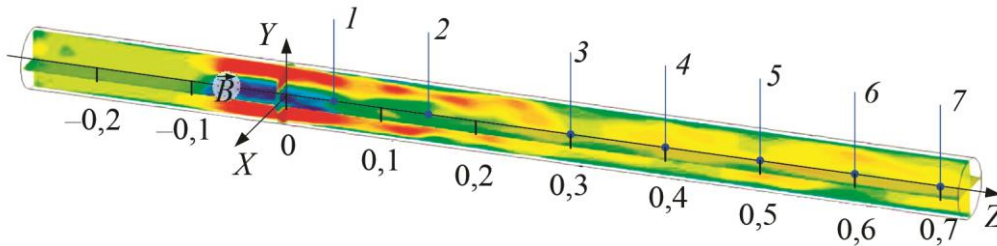


Рис. 1. Схема расчетной области: 1...7 – виртуальные датчики

По данным точкам строились профили температуры и скорости вдоль цилиндра, оценивалась интенсивность их колебаний и строились спектры мощности пульсаций температуры. Также для выбранных пар виртуальных датчиков рассчитывалась функция кросскорреляции (ФКК) по стандартному алгоритму, и рассчитывалась скорость по МТК: расстояние между виртуальными датчиками делилось на время, соответствующее положению максимума функции взаимной корреляции сигналов. Сравнение полученной скорости со скоростью, рассчитанной напрямую в данной области, позволяло сделать оценку точности метода при данных параметрах расчета.

3. Результаты и обсуждение

Ожидалось, что наибольшее влияние на топологию потока за магнитным препятствием, а значит и на пространственное распределение поля температуры и ее колебаний, будет оказывать вариация размера магнита. Поэтому в первую очередь рассмотрим результаты серии расчетов, в которой варьировался параметр k от 0,3 до 1,2. От диаметра магнита главным образом зависит топология течения за ним и то, на каком расстоянии от магнита формируется зона смещения. У Кеньереша она названа «intermittent region» – зоной, в которой изолинии температуры сильно искажены [15]. На рис. 2 приведен пример функций кросскорреляции для случая $k = 0,3$, посчитанной для разных пар виртуальных датчиков. Помимо построения ФКК для сигналов с соседних виртуальных датчиков, был рассмотрен случай применения МТК к датчикам через один: 3 и 5 (голубая линия на рис. 2). Нужно отметить, что хотя высота пика такой ФКК уменьшилась (не намного), дисперсия ее практически не изменилась. Если ФКК для пар датчиков 3-4 и 4-5 дают значения скорости 0,11 м/с, то ФКК для пары 3-5 – 0,1 м/с. Это говорит, с одной стороны, о том, что пульсации температуры в натрии живут достаточно долго и медленно меняют свою форму при передвижении вместе с потоком, а с другой стороны, о гибкости МТК – положение датчиков температуры относительно друг друга можно варьировать в некоторых пределах. Синяя кривая на рис. 2 построена для первых двух датчиков и дает приблизительно вдвое меньшее значение скорости, чем остальные – 0,05 м/с. Это объясняется тем, что данные виртуальные датчики расположены в непосредственной близости от магнитного препятствия. В этой области среднее течение еще не установилось – поток испытывает торможение магнитным препятствием. Зона смещения разнотемпературных потоков здесь только начинается, что обуславливает достаточно низкий уровень корреляции (0,5).

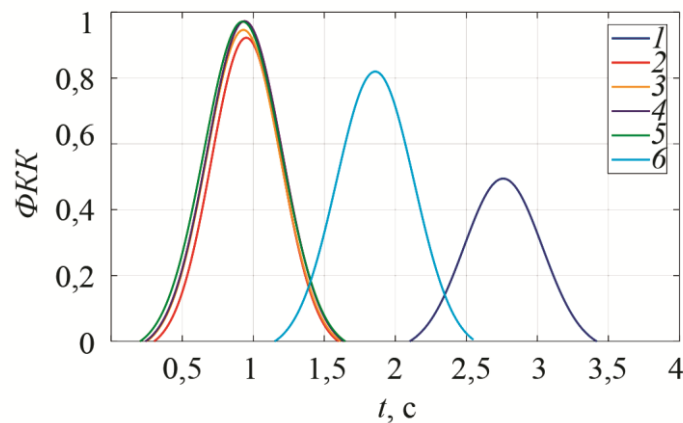


Рис. 2. Пример функций кросскорреляции для случая $k = 0,3$ для разных пар виртуальных датчиков: 1 – 1-2, 2 – 2-3, 3 – 3-4, 4 – 4-5, 5 – 5-6, 6 – 3-5

На рис. 3 приведены различные графики для трех значений параметра k : 0,3, 0,6 и 1,2 (верхняя, средняя и нижняя строки на рис. 3 соответственно). Число Стюарта при этом постоянно и составляет 455. Первым в каждой строке представлен график профиля скорости вдоль оси канала. Пунктирной линией показаны профили z -компоненты скорости, полученные в численном счете. Кругами – значения z -компоненты скорости в местах расположения виртуальных датчиков. Вертикальными отрезками показаны величины СКО z -компоненты скорости. Наконец, красными квадратами показаны значения скорости, полученные при помощи МТК. По тому, насколько хорошо эти квадраты ложатся на синие пунктирные линии, можно судить о качестве работы МТК в различных ситуациях. Вторым в каждой строке представлен график профиля СКО всех трех компонент скорости вдоль оси канала (x – квадраты, y – треугольники, z – круги). Третьим в каждой строке представлен график профиля СКО температуры вдоль оси канала. Именно по нему можно судить о положении и протяженности зоны смешения. И последним в каждой строке приведен график спектров температурных пульсаций на виртуальных датчиках от 1 до 7.

Во всех рассмотренных случаях, судя по графикам СКО температуры, за магнитным препятствием возникает зона смешения, в которой отжатый к стенкам и охлажденный о них поток смешивается с горячим потоком, не взаимодействующим со стенками трубы. При этом, как было показано в работах других авторов, за магнитным препятствием формируется зона завихренности [13], характеризующаяся сильными пульсациями скорости, которые можно оценивать по графикам СКО компонент скорости (второй ряд на рис. 2). При $k = 0,3$ зона смешения занимает практически всю область с 1 по 7 датчик, а зона завихренности захватывает лишь первый виртуальный датчик ($z = 0,03$ м), поэтому уже со второго датчика средняя скорость потока приближается к исходной, а профиль скорости становится равномерным. Именно такие условия являются оптимальными для МТК, поскольку значения средней скорости, полученные с его помощью, хорошо согласуются с профилем скорости, полученным напрямую из расчета (левый верхний график). В этом случае можно говорить о магнитном препятствии именно как об источнике температурных пульсаций.

С возрастанием диаметра магнита зона смешения смещается вниз по потоку, а протяженность зоны завихренности возрастает. Эти обстоятельства негативно сказываются на работе МТК.

При $k = 0,6$ зона смешения наблюдается в районе датчиков 4-6, а зона завихренности – до третьего датчика включительно. Таким образом, они по-прежнему не пересекаются, однако для пар датчиков 1-2 и 2-3 МТК дает ошибочные завышенные значения скорости, так как

в этой области наблюдаются сильные колебания как z -, так и y -компонент скорости. В области смешения МТК дает верные значения скорости (пары датчиков 3-4, 4-5, 5-6).

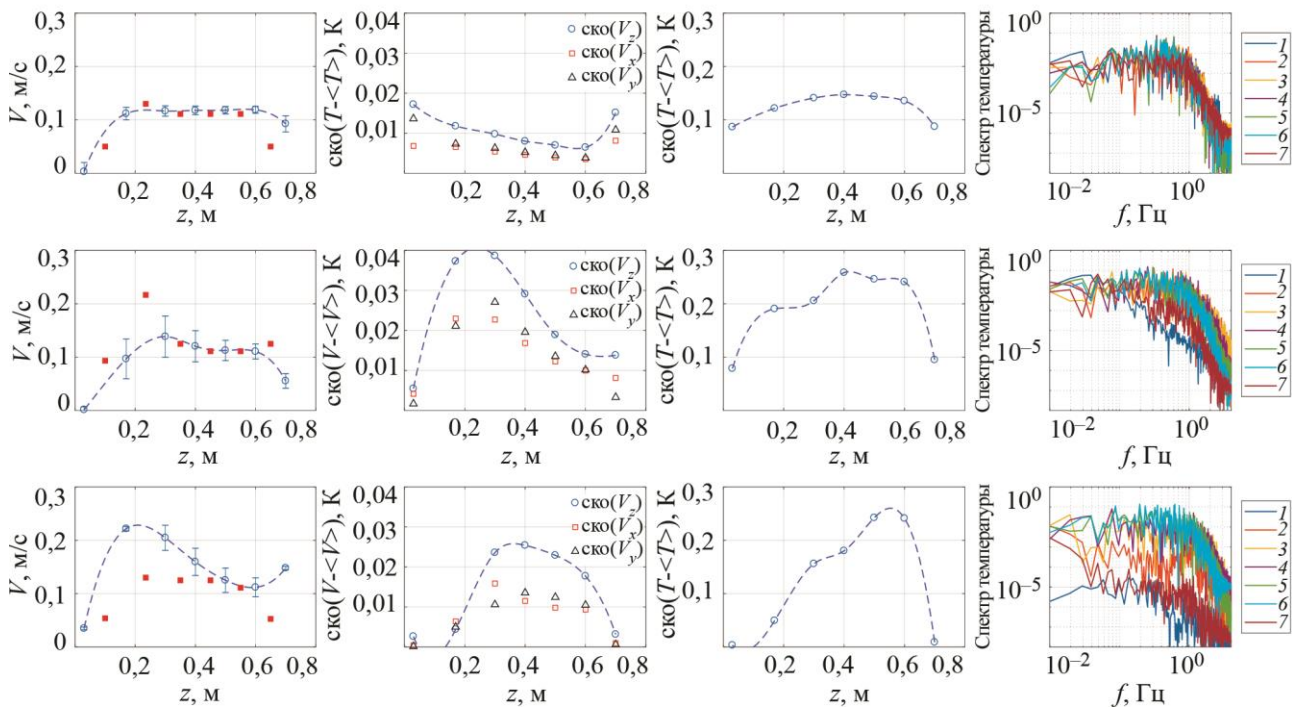


Рис. 3. Различные графики для трех значений параметра k : 0,3 (верхняя строка), 0,6 (средняя строка) и 1,2 (нижняя строка)

При $k = 1,2$ зона смешения наблюдается уже в районе датчиков 5-6, а зона завихренности распространяется до пятого датчика включительно, частично перекрывая зону смешения. В этом, самом негативном для МТК, случае верное значение скорости метод дает только для пары датчиков 5-6. Для всех остальных пар метод либо занижает, либо завышает значения средней скорости.

Обратимся теперь к турбулентным характеристикам потока. Температура в нашем случае слабо влияет на поток и является пассивным скаляром. Ее турбулентные пульсации должны быть заморожены в поток для использования гипотезы Тейлора. Вмороженность турбулентности в поток приводит к сохранению ее энергии. Следовательно, спектр турбулентности температуры должен сохраняться. Если рассмотреть спектры температуры для разных значений диаметра магнита, то можно заметить, что при $k = 0,3$ это условие выполняется для всех датчиков, и МТК работает хорошо. Начиная с $k = 0,6$ спектры на первом и седьмом датчиках не удовлетворяют гипотезе Тейлора. Начиная с третьего датчика вмороженность турбулентности становится более очевидной. Это соответствует достаточно хорошему согласию модельных расчетов средней скорости с ее значениями, полученными по кросскорреляции. В случае, когда диаметр магнита соизмерим с диаметром канала ($k = 1,2$), зона завихренности занимает более обширную зону, и в источник турбулентности значительный вклад вносят стенки канала. Поэтому, как видно из спектров температуры в разных точках, турбулентность перестает быть замороженной в поток – спектры «расслаиваются». Это отражается и в различии определения средней скорости по модели и по МТК.

В нашей лаборатории использовался расходомер, в котором применялся магнит большого диаметра [19], поэтому было интересно рассмотреть различные варианты величины магнитного поля для фиксированного $k = 1,2$. На рис. 4 приведены различные графики

для трех значений параметра N : 165, 1480 и 2850 (верхняя средняя и нижняя строки на рис. 4 соответственно). Графики скомпонованы так же, как и на рис. 3 (описание см. выше).

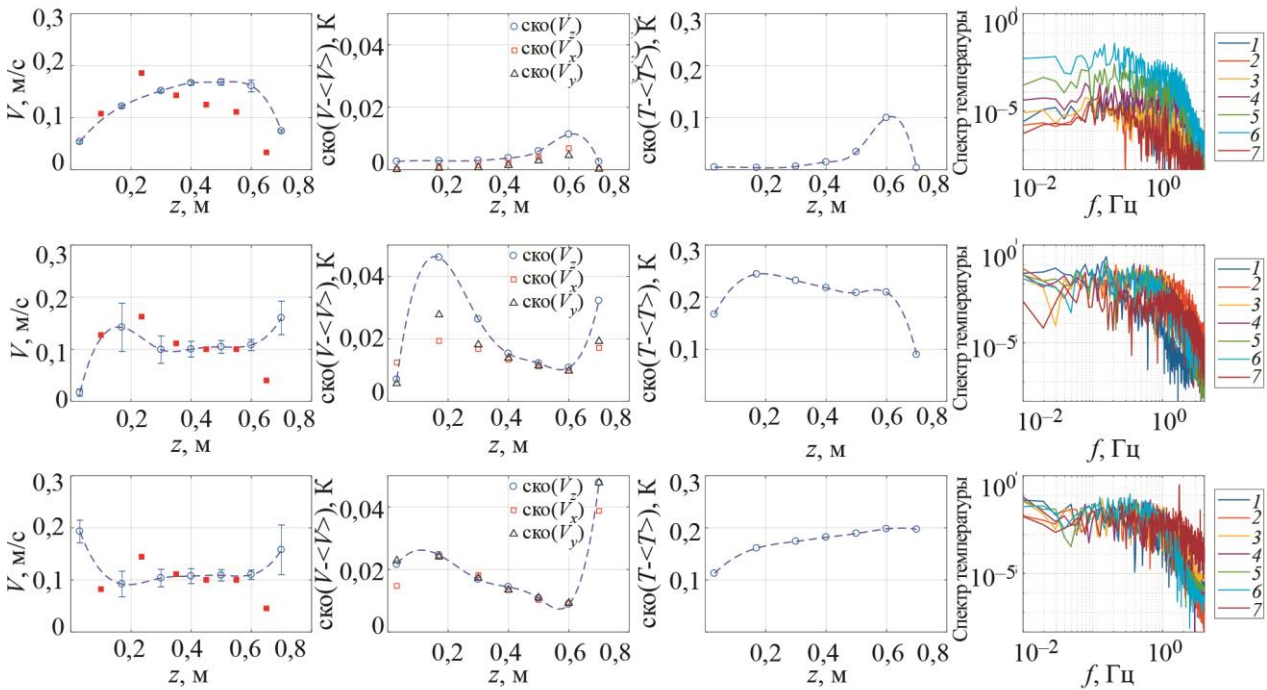


Рис. 4. Различные графики для трех значений параметра N :
165 – верхняя строка, 1480 – средняя строка и 2850 – нижняя строка

В случае слабого магнитного поля (верхняя строка), судя по графикам СКО скорости и температуры, в потоке не образуется устойчивых зон завихренности и смешения. Спектры пульсации температуры при этом расслаиваются – энергия турбулентных пульсаций температуры вдоль потока не сохраняется. Следовательно, МТК работает плохо, то занижая, то завышая значения скорости. В случае сильного магнитного поля (почти вдвое большего, чем для рассмотренного случая в нижней строке на рис. 3) спектры стягиваются (турбулентная энергия сохраняется вдоль канала), зона завихренности смещается обратно к магнитному препятствию, а зона смешения расширяется. Метод температурных корреляций работает хорошо для пар датчиков 3-4, 4-5 и 5-6. Нужно отметить высокий уровень пульсаций скорости на 7 датчике. Увеличение магнитного поля еще примерно вдвое приводит к изменению картины течения (скорость на первом датчике становится вдвое выше, чем средняя). Спектры при этом практически накладываются друг на друга. Вблизи магнитного препятствия пульсации скорости ослабевают, зато на 7 датчике возрастают вдвое. При этом на седьмом датчике возникает выделенная частота 1,75 Гц на спектре температурных пульсаций, что соответствует колебаниям с периодом 0,57 с. Это может косвенно говорить о возникновении колеблющейся струи или нескольких струй. В таких условиях метод работает хорошо для пар 3-4, 4-5 и 5-6 и плохо для пары 6-7 (уровень пика ФКК около 0,1), так как мешает возникший колебательный процесс.

Наконец рассмотрим влияние градиента температур на процесс. На рис. 5 приведены графики СКО и профилей температуры для трех значений параметра θ : 0,9, 0,75 и 0,6 (слева направо). Параметры N и k при этом постоянны и составляют 455 и 1,2 соответственно.

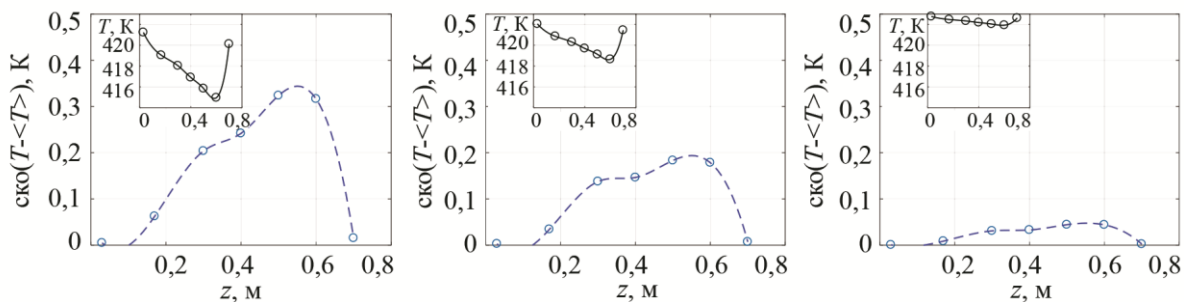


Рис. 5. Графики СКО и профилей температуры для трех значений параметра θ : 0,6 (слева), 0,75 (посередине), 0,9 (справа)

Изменение температуры стенки ожидаемо приводит к изменению уровня пульсаций температуры, а также степени вмешивания холодных струй в поток около оси трубы (где расположены датчики). С уменьшением параметра θ СКО температуры уменьшается с 0,3 до 0,05 К, а неравномерность профиля – с 7 до 1 К. При этом положение и протяженность зоны смещения сохраняются. Зона завихренности также не меняется, поэтому и МТК работает практически одинаково (как показано на рис. 3 в левом нижнем углу).

4. Заключение

В результате вариации параметров в численном счете было получено, что метод работает в достаточно большом диапазоне величин пульсаций температуры и скорости. Наибольшую опасность для метода представляют ситуации, когда зоны завихренности и смещения накладываются – сильные продольные и поперечные пульсации скорости размывают функции кросскорреляции. Магнит малого диаметра (менее половины диаметра трубы) предпочтителен, так как его более концентрированное магнитное поле создает турбулизированный поток сразу за магнитным препятствием и протяженную зону смещения. В этом случае можно говорить о магнитном препятствии именно как об источнике температурных пульсаций. Вариация величины магнитного воздействия позволяет эффективно изменять и задавать уровень пульсаций температуры и скорости, а также управлять протяженностью и положением зоны смещения. Вариация температуры стенки приводит в основном к изменению величины пульсаций температуры в потоке, однако это практически не влияет на работоспособность и точность метода.

Благодарность

Работа выполнена в соответствии с госбюджетным планом № 122030200191-9, а также при финансовой поддержке Правительства Пермского края в рамках научного проекта «Разработка систем измерения расхода жидкого металла в каналах металлургических и ядерных энергетических установок».

Литература

1. Some recent developments in the field of measuring techniques and instrumentation for liquid metal flows / S. Eckert, D. Buchenau, G. Gerbeth, F. Stefani & F.-P. Weiss // Journal of Nuclear Science and Technology. – 2011. – Vol. 48, No. 4. – P. 490–498. – DOI: 10.1080/18811248.2011.9711724.
2. Electromagnetic flowmeter for wide-temperature range intensive liquid metal flows / A. Pavlinov, R. Khalilov, A. Mamykin, I. Kolesnichenko // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2019. – Vol. 581. – P. 012011. – DOI: 10.1088/1757-899X/581/1/012011.

3. Measurement techniques for liquid metals / M. Ratajczak, D. Hernández, T. Richter, D. Otte, D. Buchenau, N. Krauter, T. Wondrak // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2017. – Vol. 228. – P. 012023. – DOI: 10.1088/1757-899X/228/1/012023.
4. An improved electromagnetic flowmeter / X. Li, X. Yao, C. Wang, L. Zhu // Journal of Physics: Conference Series. – 2020. – Vol. 1584. – P. 012068. – DOI: 10.1088/1742-6596/1584/1/012068.
5. ICMC's two-loop liquid sodium facility / I. Kolesnichenko, R. Khalilov, A. Shestakov, P. Frick // Magnetohydrodynamics. – 2016. – Vol. 52, Nos. 1–2. – P. 87–94. – DOI: 10.22364/mhd.52.1-2.11.
6. A combined liquid sodium flow measurement system / R. Khalilov, I. Kolesnichenko, A. Mamykin, A. Pavlinov // Magnetohydrodynamics. – 2016. – Vol. 52, Nos. 1–2. – P. 53–60. – DOI: 10.22364/mhd.52.1-2.7.
7. Taylor G. I. The spectrum of turbulence // Proceedings of the Royal Society of London. Series A: Mathematical and Physical Sciences. – 1938. – Vol. 164, No. 919. – P. 476–490. – DOI: 10.1098/rspa.1938.0032.
8. Determination of thermocouple transfer-functions and fluid-flow velocities by temperature-noise measurements in liquid sodium / J. Benkert, C. Mika, K. H. Raes, D. Stegemann // Progress of Nuclear Energy. – 1977. – Vol. 1, iss. 2–4. – P. 553–563. – DOI: 10.1016/0149-1970(77)90105-6.
9. Temperature correlation velocimetry technique in liquid metals / I. A. Belyaev, N. G. Razuvanov, V. G. Sviridov, V. S. Zagorsky // Flow Measurement and Instrumentation. – 2017. – Vol. 55. – P. 37–43. – DOI: 10.1016/j.flowmeasinst.2017.05.004.
10. Votyakov E. V., Kassinos S. C. On the analogy between streamlined magnetic and solid obstacles // Physics of Fluids. – 2009. – Vol. 21, iss. 9. – P. 097102. – DOI: 10.1063/1.3231833.
11. Cuevas S., Smolentsev S., Abdou M. On the flow past a magnetic obstacle // Journal of Fluid Mechanics. – 2006. – Vol. 553. – P. 227–252. – DOI: 10.1017/S0022112006008810.
12. Votyakov E., Zienicke E., Kolesnikov Yu. Constrained flow around a magnetic obstacle // Journal of Fluid Mechanics. – 2008. – Vol. 610. – P. 131–156. – DOI: 10.1017/S0022112008002590.
13. Structure of the wake of a magnetic obstacle / E. V. Votyakov, Yu. Kolesnikov, O. Andreev, E. Zienicke, A. Thess // Physical Review Letters. – 2007. – Vol. 98, iss. 14. – P. 144504. – DOI: 10.1103/PhysRevLett.98.144504.
14. Kenjereš S., Ten Cate S., Voesenek C. J. Vortical structures and turbulent bursts behind magnetic obstacles in transitional flow regimes // International Journal of Heat and Fluid Flow. – 2011. – Vol. 32, No. 3. – P. 510–528. – DOI: 10.1016/j.ijheatfluidflow.2011.02.011.
15. Kenjereš S. Energy spectra and turbulence generation in the wake of magnetic obstacles // Physics of Fluids. – 2012. – Vol. 24, iss. 11. – P. 115111. – DOI: 10.1063/1.4767726.
16. Numerical and experimental study of electromagnetically driven vortical flows / S. Kenjereš, J. Verdoold, M. J. Tummers, K. Hanjalić, C. R. Kleijn // International Journal of Heat and Fluid Flow. – 2009. – Vol. 30, iss. 3. – P. 494–504. – DOI: 10.1016/j.ijheatfluidflow.2009.02.014.
17. Zhang X., Huang H. Effect of magnetic obstacle on fluid flow and heat transfer in a rectangular duct // International Communications in Heat and Mass Transfer. – 2014. – Vol. 51. – P. 31–38. – DOI: 10.1016/j.icheatmasstransfer.2014.01.011.
18. Votyakov E. V., Kassinos S. C. Core of the magnetic obstacle // Journal of Turbulence. – 2010. – Vol. 11. – Article No. 49. – DOI: 10.1080/14685248.2010.524220.
19. Application of the temperature correlation method to measuring the flow rate of liquid sodium / I. Kolesnichenko, A. Mamykin, E. Golbraikh, A. Pavlinov // Magnetohydrodynamics. – 2021. – Vol. 57, No. 4. – P. 547–557. – DOI: 10.22364/mhd.57.4.9.

Received: 11.04.2023

Revised: 01.06.2023











Accepted: 23.06.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.029-043

THE EFFECT OF THE CHEMICAL ACTIVITY OF THE IMPLANTED ELEMENT TO METAL ALLOY COMPONENTS ON THE FORMATION OF SURFACE LAYERS UNDER ION IRRADIATION

V. L. Vorobyev^{a), *}, P. V. Bykov^{b)}, S. G. Bystrov^{c)}, A. A. Kolotov^{d)}, and V. Ya. Bayankin^{e)}

*Udmurt Federal Research Center, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
34 Tatiany Baramzinoy St., Izhevsk, 426067, Russia*

- ^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-9401-0802>  vasily_1.84@udman.ru;
^{b)}  <https://orcid.org/0000-0003-2198-2886>  bykovpv@udman.ru;
^{c)}  <https://orcid.org/0000-0001-5666-0671>  bystrov@udman.ru;
^{d)}  <https://orcid.org/0000-0002-4189-8916>  ak611@udman.ru;
^{e)}  <https://orcid.org/0000-0002-0735-4077>  bayankinvya@udman.ru

*Corresponding author. E-mail: vasily_1.84@udman.ru

Address for correspondence: ul. Tatiany Baramzinoy, 34, Izhevsk, 426067, Russia
Tel.: +7 (904) 830-3186

The paper comparatively studies the effect of implanting O^+ ions into the $Cu_{50}Ni_{50}$ and $Cu_{56}Mn_{44}$ alloys and M0 copper, as well as N^+ ions into the VT6 titanium alloy, the 03Kh17N12M2T stainless steel, and Armco iron, on the formation of the chemical composition and changes in the structural and phase state of the surface layers. It is shown that, under conditions of implantation of ions of chemically active elements, the accumulation of the implanted impurity, the formation of chemical compounds, and their precipitation in the form of phase inclusions are determined by the chemical activity of the implanted element to the alloy components. The results obtained will allow the further development of scientific foundations for the formation of the chemical and structural-phase state in materials under nonequilibrium conditions of ion implantation.

Keywords: ion implantation, chemical activity, X-ray photoelectron spectroscopy, chemical composition, surface layers

Acknowledgment

The work was performed under state assignment No. 121030100002-0 from the Russian Ministry of Science and Higher Education. The investigation by X-ray photoelectron spectroscopy was supported by the Russian Ministry of Science and Education under agreement N 075-15-2021-1351. The equipment of the Center for Physical and Physical-Chemical Analysis Methods and Studying the Properties and Characteristics of Surfaces, Nanostructures, Materials, and Products shared research facilities of the UdmFRC UB RAS was used in the study.

References

1. Kozlov, D.A., Krit, B.L., Stolyarov, V.V., and Ovchinnikov, V.V. Ion-beam modification of chromium steel tribological behavior. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2012, 3, 216–219. DOI: 10.1134/S2075113311030142.
2. Komarov, F.F. *Ionnaya Implantatsiya v Metally* [Ion Implantation into Metals]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1990, 262 p. (In Russian).

3. Jin, J., Chen, Y., Gao, K., and Huang, X. The effect of ion implantation on tribology and hot rolling contact fatigue of Cr4Mo4Ni4V bearing steel. *Applied Surface Science*, 2014, 305, 93–100. DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.02.174.
4. Sungatulin, A.R., Sergeev, V.P., Fedorishcheva, M.V., and Sergeev, O.V. The effect of ion beam treatment (Cr+B) of the surface layer on the wear resistance of the 38KhN3MFA steel. *Izvestiya Tomskogo Politehnicheskogo Universiteta*, 2009, 315 (2), 134–137. (In Russian).
5. Bratushka, S.N. and Malikov, L.V. Ion-plasma modification of titanium alloys. *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki*, 2011, 6, 126–140. (In Russian).
6. Rautray, T.R., Narayanan, R., and Kim, K.-H. Ion implantation of titanium-based biomaterials. *Progress in Materials Science*, 2011, 56 (8), 1137–1177. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2011.03.002.
7. Höhl, F., Berndt, H., Mayr, P., and Stock, H.-R. Implantation of N₂⁺, O⁺ and CO⁺ ions into titanium and Ti–6Al–4V. *Surface and Coatings Technology*, 1995, 74–75 (2), 765–769. DOI: 10.1016/0257-8972(95)08274-3.
8. Vorobyev, V.L., Bykov, P.V., Kolotov, A.A., Gilmutdinov, F.Z., Averkiev, I.K., and Bayankin, V.Ya. Formation of surface layers of stainless steel and titanium alloy by N⁺ ion implantation. *Physics of Metals and Metallography*, 2021, 122 (12), 1213–1219. DOI: 10.1134/S0031918X21120139.
9. Itoh, Y., Itoh, A., Azuma, H., and Hioki, T. Improving the tribological properties of Ti–6Al–4V alloy by nitrogen-ion implantation. *Surface and Coatings Technology*, 1999, 111 (2–3), 172–176. DOI: 10.1016/S0257-8972(98)00728-2.
10. Thair, L., Mudali, U.K., Rajagopalan, S., Asokamani, R., and Raj, B. Surface Characterization of Passive Film Formed on Nitrogen Ion Implanted Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb Alloys using SIMS. *Corrosion Science*, 2003, 45 (9), 1951–1967. DOI: 10.1016/S0010-938X(03)00027-1.
11. Vorobyev, V.L., Gilmutdinov, F.Z., Bykov, P.B., Bayankin, V.Ya., and Kolotov, A.A. Effect of O⁺ ion implantation on the composition and chemical structure of nanosized surface layers of a copper–nickel alloy Cu50Ni50. *Physics of Metals and Metallography*, 2018, 119 (9), 852–857. DOI: 10.1134/S0031918X18090144.
12. Vorobyev, V.L., Gilmutdinov, F.Z., Bykov, P.V., Bayankin, V.Ya., Klimova, I.N., and Pospelova, I.G. The formation of nanosized layers on the surface of 3-D metals by implantation O⁺ ions. *Khimicheskaya Fizika i Mezoskopiya*, 2018, 20 (3), 354–364. (In Russian).
13. Behrisch, R., ed. *Sputtering by Particle Bombardment I. Physical Sputtering of Single-Element Solids, Ser. Topics in Applied Physics*, Springer, Berlin, Heidelberg, 1981, vol. 87, 284 p.
14. Reshetnikov, S.M., Bakieva, O.R., Borisova, E.M., Vorobyev, V.L., Gilmutdinov, F.Z., Kartapova, T.S., and Bayankin, V.Ya. Effect of nitrogen ion implantation on corrosion-electrochemical and other properties of Armco-iron. Part II. Corrosion-electrochemical behavior of Armco-iron samples subjected to implantation of nitrogen ions. *Korroziya: Materialy, Zashchita*, 2018, 4, 1–8. (In Russian).
15. Bogomolov, D.B., Gorodetsky, A.E., and Alimov, V.Kh. Structure and phase transformations caused by oxygen ion implantation into titanium. *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*, 2012, 6, 578–586, 31–40. DOI: 10.1134/S1027451012070051.
16. Kurzina, I.A., Bozhko, I.A., Popova, N.A., Fedorishcheva, M.V., Kachaev, A.A., and Sizonenko, N.R. Features of the oxide phase formation in ion-irradiated titanium materials. *Izvestiya Rossiyskoy Akademii Nauk. Seriya Fizicheskaya*, 2013, 77 (9), 1271–1275. (In Russian). DOI: 10.7868/S0367676513090263.
17. Budzynski, P. Long-range effect in nitrogen ion-implanted AISI 316L stainless steel. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 2015, 342, 1–6. DOI: 10.1016/j.nimb.2014.09.004.
18. Figueroa, R., Abreu, C.M., Cristóbal, M.J., and Pena, G. Effect of nitrogen and molybdenum ion implantation in the tribological behavior of AA7075 aluminum alloy. *Wear*, 2012, 276–277, 53–60. DOI: 10.1016/j.wear.2011.12.005.

19. Jin, J., Chen, Y., Gao, K., and Huang, X. The effect of ion implantation on tribology and hot rolling contact fatigue of Cr4Mo4Ni4V bearing steel. *Applied Surface Science*, 2014, 305, 93–100. DOI: 10.1016/J.APSUSC.2014.02.174.
20. Hug, E., Thibault, S., Chateigner, S. D., and Maunoury, L. Nitriding aluminum alloys by N-multicharged ions implantation: correlation between surface strengthening and microstructure modifications. *Surface and Coatings Technology*, 2012, 206 (24), 5028–5035. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2012.04.033.
21. Zhang, J., Peng, Sh., Zhang, A., Wen, J., Zhang, T., Xu, Y., Yan, Sh., and Ren, H. Nitrogen ion implantation on the mechanical properties of AISI 420 martensitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2016, 305, 132–138. DOI: 10.1016/J.SURFCOAT.2016.08.022.
22. Shelekhov, E.V. and Sviridova, T.A. Programs for X-ray analysis of polycrystals. *Metal Science and Heat Treatment*, 2000, 42, 309–313. DOI: 10.1007/BF02471306.
23. Vorobyev, V.L., Bakieva, O.R., and Mukhgalin, V.V. Changes in the chemical composition and local atomic structure of the surface of Cu-Ni and Cu-Mn alloys after irradiation with argon and oxygen ions. In: *XIII Mezhdunarodny Seminar "Strukturnye Osnovy Modifitsirovaniya Materialov"*, MNT-XIII [The 13th International Workshop on the Structural Basics of Material Modification, Obninsk, June 29–July 2, 2015: Abstracts]. Laboratoriya Materialov IATE Publ., Obninsk, Russia, 50–51. (In Russian).
24. Rabinovich, V.A. and Havin, Z.Ya. *Kratkiy Khimicheskiy Spravochnik* [Brief Chemical Reference Book]. Khimiya Publ., Leningrad, 1978, 392 p. (In Russian).
25. Bolgar, A.S. and Litvinenko, V.F. *Termodinamicheskie Svoystva Nitridov* [Thermodynamic Properties of Nitrides]. Naukova Dumka Publ., Kiev, 1980, 282 p. (In Russian).
26. Available at: <https://srdata.nist.gov/xps/EnergyTypeValSrch.aspx> (date of application: 18.01.2023).
27. Briggs, D. and Seah, M.P., eds. *Practical Surface Analysis: by Auger and X-ray Photoelectron Spectroscopy*, Wiley, Chichester, 1983, 533 p.
28. Nefedov, V.I. *Rentgenoelektronnaya Spektroskopiya Khimicheskikh Soedineniy* [X-Ray Electron Spectroscopy of Chemical Compounds: Handbook]. Khimiya Publ., Moscow, 1984, 256 p. (In Russian).

Подана в журнал: 11.04.2023











УДК 621.793, 539.211, 538.97

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.029-049

ВЛИЯНИЕ ХИМИЧЕСКОЙ АКТИВНОСТИ ИМПЛАНТИРУЕМОГО ЭЛЕМЕНТА К КОМПОНЕНТАМ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ НА ФОРМИРОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ ПРИ ИОННОМ ОБЛУЧЕНИИ

В. Л. Воробьев^{а), *}, П. В. Быков^{б)}, С. Г. Быстров^{в)}, А. А. Колотов^{г)}, В. Я. Баянкин^{д)}

*Удмуртский федеральный исследовательский центр УрО РАН,
ул. им. Татьяны Барамзиной, 34, Ижевск, 426067, Россия*

- ^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-9401-0802>  vasily_1.84@udman.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0003-2198-2886>  bykovpv@udman.ru;
^{в)}  <https://orcid.org/0000-0001-5666-0671>  bystrov@udman.ru;
^{г)}  <https://orcid.org/0000-0002-4189-8916>  ak611@udman.ru;
^{д)}  <https://orcid.org/0000-0002-0735-4077>  bayankinva@udman.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: vasily_1.84@udman.ru
Адрес для переписки: ул. им. Татьяны Барамзиной, 34, 426067, Ижевск
Тел.: +7 (904) 830-31-86

Проведены сравнительные исследования влияния имплантации ионов O^+ в сплавы $Cu_{50}Ni_{50}$, $Cu_{56}Mn_{44}$, образцы меди марки М0 и ионов N^+ в титановый сплав ВТ6, нержавеющей сталь 03Х17Н12М2Т и армко-железо на формирование химического состава и изменение структурно-фазового состояния поверхностных слоев. Показано, что в условиях имплантации ионов химически-активных элементов накопление имплантируемой примеси, образование химических соединений и выделение их в виде фазовых включений определяются химической активностью имплантируемого элемента к компонентам сплава. Полученные результаты позволят продолжить развитие научных основ формирования химического и структурно-фазового состояния в материалах при неравновесных условиях ионной имплантации.

Ключевые слова: ионная имплантация, химическая активность, рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия, химический состав, поверхностные слои

1. Введение

Ионная имплантация – один из способов поверхностной обработки металлических материалов с целью повышения их физико-химических свойств [1–10]. По сравнению с традиционными способами обработки, ионная имплантация позволяет сократить в десятки раз температуру и время обработки. Эти преимущества обусловлены тем, что при ионном облучении легирующая примесь проникает в поверхностные слои не за счет градиентов концентраций и температур, как при традиционных способах химико-термической обработки, а за счет кинетической энергии. Бомбардирующие ионы, проникая в приповерхностные слои, способны создавать множество каскадов атомных столкновений, развитие и распространение которых сопровождается образованием различного рода радиационных дефектов (пар Френкеля, дислокационных структур и т. д.). Кроме этого, налетающие ионы могут отразиться от поверхности, а также привести к распылению атомов мишени. Указанные выше процессы изучены достаточно подробно, и их можно отнести к процессам физической природы [2, 11–13]. К процессам химической природы относятся, например, образование химических соединений имплантируемого иона с компонентами мишени или компонентов мишени между собой,

роль которых на сегодняшний день изучена недостаточно. Конечно, имеется множество исследований модификаций структуры и свойств поверхностных слоев имплантацией химически активных ионов разных металлических систем, начиная от самых простых и заканчивая легированными сталями и сплавами [1, 11, 16–21]. Однако нет исследований, которые бы показывали роль процессов химической природы в формировании поверхностных слоев металлических сплавов.

Таким образом, целью данной работы является исследование элементного состава, образования химических соединений и фазовых составляющих в зависимости от химической активности имплантируемого элемента (ионов O^+ и N^+) к компонентам металлических сплавов при ионном облучении.

2. Материал и методика

Для исследования использовались две серии образцов. В первой серии образцов использовались медно-марганцевый сплав $Cu_{56}Mn_{44}$, медно-никелевый сплав $Cu_{50}Ni_{50}$ и медь марки М0. Указанные образцы в тексте статьи относятся к системам $Cu-Mn$, $Cu-Ni$ и $Cu-Cu$ соответственно. Данные образцы подвергались облучению ионами O^+ в импульсно-периодическом режиме ($f = 100$ Гц, $t = 1$ мс) с энергией ионов 30 кэВ, дозой облучения 10^{18} ион/см² и средней плотностью тока ионного пучка 100 мкА/см². Вакуум в камере имплантера в процессе облучения составлял $\sim 10^{-2}$ Па. Температура образцов контролировалась с помощью термопары и не превышала 300 °С в процессе облучения. Во второй серии образцов использовались титановый сплав ВТ6, нержавеющая сталь 03X17H12M2Т и арможелезо. Данным образцам соответствуют системы Ti , $Fe-Cr-Ni$ и Fe . Образцы подвергались имплантации ионов N^+ с параметрами, идентичными имплантации ионов O^+ : энергия ионов 30 кэВ, доза облучения 10^{18} ион/см² и средняя плотность ионного тока 100 мкА/см². Все образцы как первой, так и второй серии представляли собой пластины длиной 10 мм и сечением 8×2 мм², вырезанные электроискровой резкой из листа в состоянии поставки. Перед ионной имплантацией поверхность образцов подвергалась механической шлифовке, полировке и очистке в органических растворителях.

Химический состав поверхностных слоев образцов был исследован методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) на спектрометрах SPECS и ЭС-2401 с использованием $MgK\alpha$ -излучения (1253,6 эВ). Энергетическая шкала спектрометров откалибрована по энергиям связи $Au4f_{7/2}$ (84,0 эВ) и $Cu2p_{3/2}$ (932,8 эВ). Контроль зарядки образцов не использовался, так как они обладали достаточной проводимостью. Значение ширины на полувысоте (параметр FWHM) пика $Au4f_{7/2}$ составляло 1,0 эВ. Снимались спектры наиболее интенсивных линий внутренних уровней атомов компонентов сплавов, а также кислорода и углерода с шагом 0,2 эВ. Обработка рентгеновских фотоэлектронных спектров (РФЭС-спектров) и расчет концентраций проводили с помощью компьютерной программы CasaXPS. Послойный элементный анализ осуществлялся травлением поверхности ионами аргона с энергией 4 кэВ и плотностью тока 30 мкА/см². Скорость травления поверхности при данных параметрах ионного пучка была ~ 1 нм/мин. Относительная погрешность определения концентрации элементов составляла ± 3 ат.% от измеряемой величины. Рентгеновские дифрактограммы снимались на $CoK\alpha$ -излучении с использованием дифрактометра MiniFlex 600. Рентгенофазовый анализ проводился с использованием пакета программ [22].

3. Результаты и обсуждение

В работе [23] было показано, что в условиях поочередного облучения модельного сплава $Cu_{50}Ni_{50}$ ионами Ar^+ и O^+ накопление кислорода в приповерхностных слоях осуществляется до следовых количеств – не более 5 ат.%. Было высказано предположение, что незначительное накопление кислорода явилось следствием сегрегации к поверхности атомов

меди при предварительном облучении ионами Ag^+ . Атомы меди выступили в качестве «барьера» для накопления кислорода из-за их низкой химической активности к кислороду. Для подтверждения правильности высказанного предположения была проведена серия экспериментов по имплантации ионов O^+ в металлические системы Cu–Mn, Cu–Ni и Cu–Cu. Выбор данных металлических систем был обусловлен разной химической активностью их второго компонента к кислороду: химическая активность снижается от атомов марганца к атомам меди [24, 25]. Химическую активность имплантируемого кислорода ко второму компоненту исследуемых систем оценивали по энергии Гиббса ΔG° и стандартной энтальпии ΔH° образования соответствующих соединений (табл. 1) [24, 25]. Отрицательные значения энергий Гиббса ΔG° и стандартной энтальпии образования ΔH° свидетельствуют об образовании химических соединений при стандартных условиях. Чем меньше их значения, тем более вероятным является образование соответствующего химического соединения и тем выше химическая активность элементов этого соединения между собой. Таким образом, из табл. 1 следует, что самой высокой химической активностью к кислороду обладают атомы марганца, а самой низкой – атомы меди.

Таблица 1

Энергии Гиббса ΔG° и стандартные энтальпии ΔH° образования некоторых оксидов марганца, никеля и меди [24, 25]

Имплантируемый ион	Система	Образец	Химическое соединение	Энергии Гиббса ΔG° , кДж/моль	Стандартные энтальпии образования ΔH° , кДж/моль
O^+	Cu–Mn	Сплав $Cu_{56}Mn_{44}$	Mn_3O_4	–1282,9	–1387,6
			Mn_2O_3	–879,9	–957,7
			MnO_2	–466,7	–521,5
			MnO	–363,3	–385,1
	Cu–Ni	Сплав $Cu_{50}Ni_{50}$	NiO	–211,6	–239,7
			$Ni(OH)_2$	–458,3	–543,5
	Cu–Cu	Cu технической чистоты	Cu_2O	–150,5	–173,2
			CuO	–129,4	–162,0

Рассмотрим результаты экспериментов указанной серии, начиная с системы Cu–Mn (образец $Cu_{56}Mn_{44}$). Профили распределения элементов этой системы представлены на рис. 1. В поверхностных слоях системы Cu–Mn в исходном состоянии, наряду с основными компонентами системы (Cu, Mn), присутствуют, особенно ближе к поверхности, адсорбированные примеси O, C (рис. 1 а). В целом без учета адсорбированных примесей концентрация компонентов в поверхностных слоях соответствует их концентрации в объеме. После же облучения ионами O^+ весь анализируемый поверхностный слой оказывается занятым атомами кислорода и марганца. При этом анализ РФЭ-спектров, в частности спектров Mn2p, свидетельствует о том, что атомы марганца находятся в окисленном состоянии. Об этом свидетельствует положение максимумов спектров Mn2p_{3/2} (641,6 эВ) и его дуплета Mn2p_{1/2} (653,5 эВ), а также структура «shake-up» вблизи энергий 647–648 эВ (рис. 2 б) [26]. Структура «shake-up» на спектре Mn2p свидетельствует о состоянии атомов марганца со степенью окисления 2⁺ [27, 28]. Рентгеноструктурные анализы образцов исследуемой системы свидетельствуют о том, что после имплантации ионов O^+ наблюдается образование в поверхностных слоях фазы оксида марганца MnO (рис. 2). По всей видимости, в процессе облучения ионы O^+ ,

внедряясь в поверхностные слои, вступают в химическое взаимодействие с компонентами медно-марганцевого сплава, прежде всего с атомами марганца, с образованием оксидов марганца. Несмотря на процессы распыления, которые сопровождают облучение [2, 13], накопление кислорода происходит более или менее интенсивно, и выбранной дозы облучения оказывается достаточно, чтобы накопление кислорода осуществилось до концентрации, достаточной для образования фазы MnO.

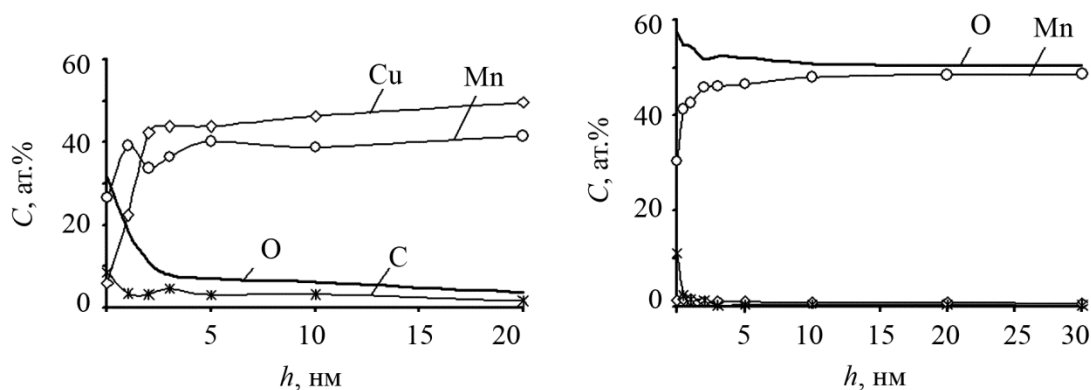


Рис. 1. Профили распределения элементов в поверхностных слоях образцов $\text{Cu}_{56}\text{Mn}_{44}$ в исходном состоянии (а) и после облучения ионами O^+ (б)

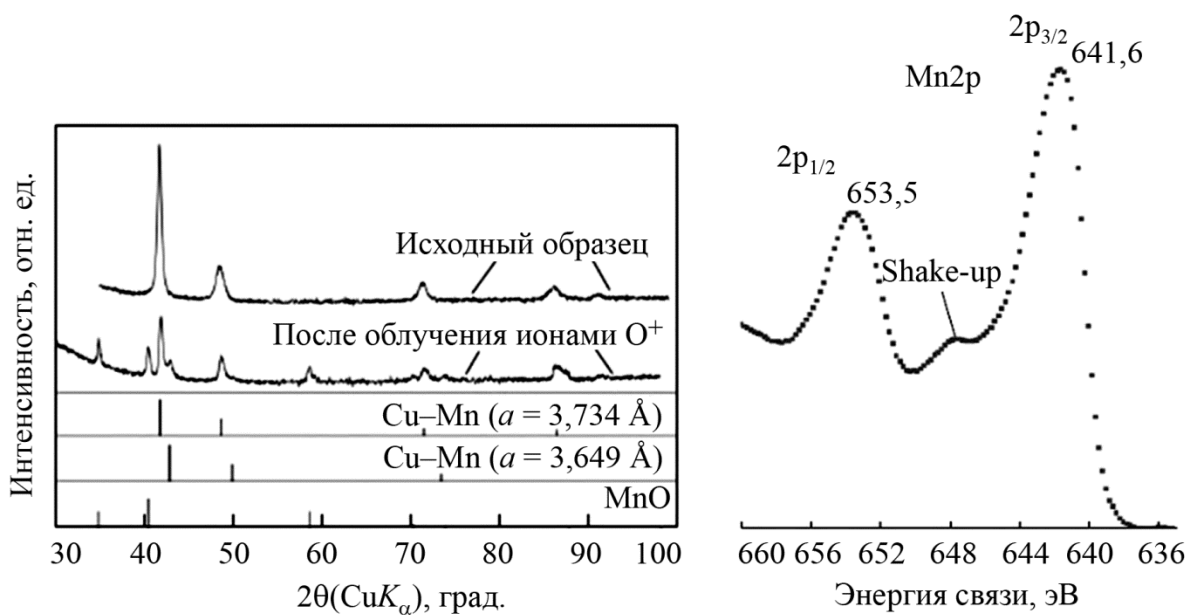


Рис. 2. Рентгенограмма образца $\text{Cu}_{56}\text{Mn}_{44}$ до и после облучения ионами O^+ (а) и РФЭ-спектр $\text{Mn}2p$ с глубины ~ 20 нм образца $\text{Cu}_{56}\text{Mn}_{44}$ после облучения ионами O^+ (б)

Рассмотрим вторую систему, Cu–Ni (образец $\text{Cu}_{50}\text{Ni}_{50}$), – систему с меньшей химической активностью второго компонента (атомов никеля) к кислороду (табл. 1). Исходная поверхность этих образцов характеризуется тонким адсорбированным поверхностным слоем глубиной не более 5 нм (рис. 3 а). Далее концентрация компонентов сплава выравнивается, с глубиной не изменяется и примерно соответствует концентрации компонентов в объеме сплава: 50 ат. % меди и 50 ат. % никеля. Имплантация ионов O^+ приводит к накоплению в поверхностных слоях кислорода и одновременно к сегрегации атомов никеля к поверхности (рис. 3 б). При этом перераспределение атомов никеля и кислорода сопровождается обеднением приповерхностного слоя глубиной ~ 10 нм атомами меди. Профиль распределения ато-

мов меди оказывается сдвинутым в более глубокие поверхностные слои (рис. 3 б). Однако этот сдвиг происходит не так значительно, как в системе Cu–Mn (рис. 1 б). В системе Cu–Mn атомы меди из поверхностного слоя, соответствующего как минимум глубине РФЭС-анализа, «вытесняются» полностью (рис. 1 б). Анализ РФЭС-спектров Cu2p_{3/2}, Ni2p_{3/2} и O1s системы Cu–Ni позволяет выявить формирование в поверхностных слоях после облучения ионами O⁺ оксида никеля NiO, гидроксидов никеля Ni–OH и оксидов меди Cu₂O и CuO (рис. 4). Однако, если выделить концентрацию кислорода, расходуемую на образование каждого из указанных выше химических соединений, из общей его концентрации, что позволяет выполнить метод анализа РФЭС-спектров, то концентрация кислорода расходуется в основном на образование оксида никеля NiO (рис. 5). Очевидно, что такое поведение системы Cu–Ni в условиях облучения ионами O⁺ обусловлено более высокой химической активностью атомов никеля к кислороду по сравнению с атомами меди (табл. 1).

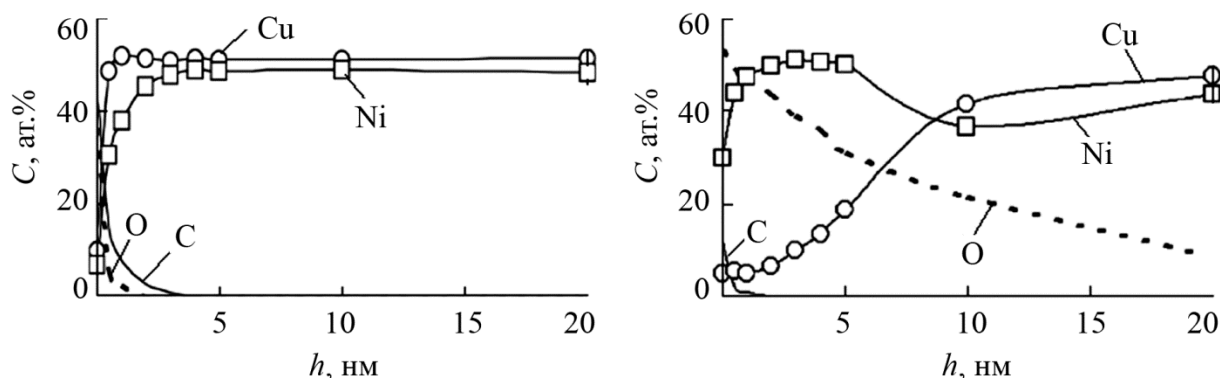


Рис. 3. Профили распределения элементов в поверхностных слоях образцов Cu₅₀Ni₅₀ в исходном состоянии (а) и после облучения ионами O⁺ (б)

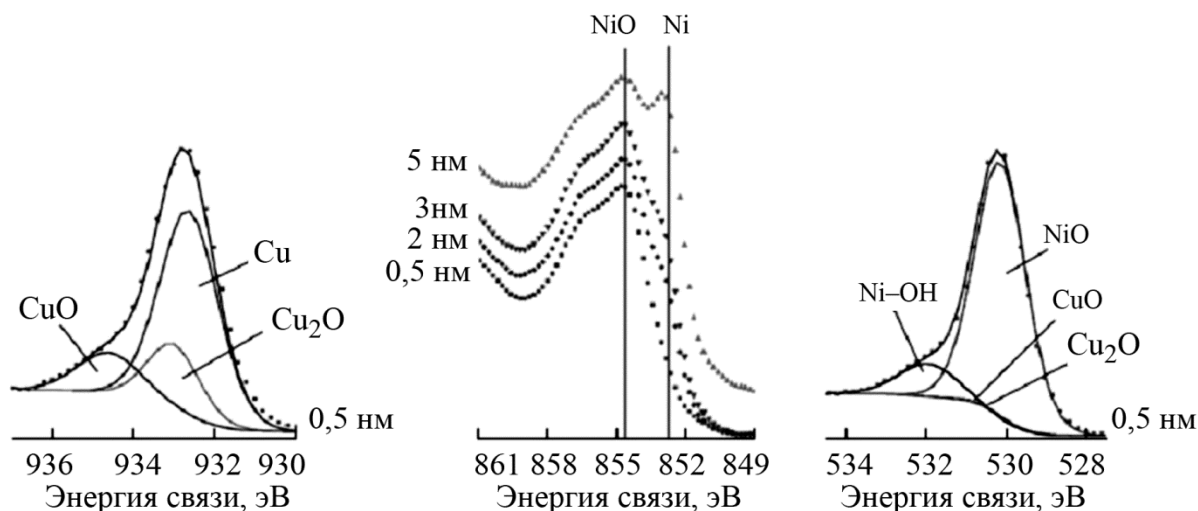


Рис. 4. РФЭС-спектры Cu2p_{3/2} (а), Ni2p_{3/2} (б) и O1s (в), полученные с поверхностных слоев образцов Cu₅₀Ni₅₀ после облучения ионами O⁺

Рассмотрим последнюю систему, Cu–Cu (образцы меди марки М0), – систему с самой низкой из рассматриваемых металлических систем химической активностью компонента к кислороду (табл. 1). РФЭС-исследования данной системы показали, что после облучения ионами O⁺ накопление кислорода в поверхностных слоях практически отсутствует (рис. 6). Концентрация кислорода находится на уровне, соответствующем пределу определения концентрации элемента в РФЭС-методе, т. е. около 3 ат.%.

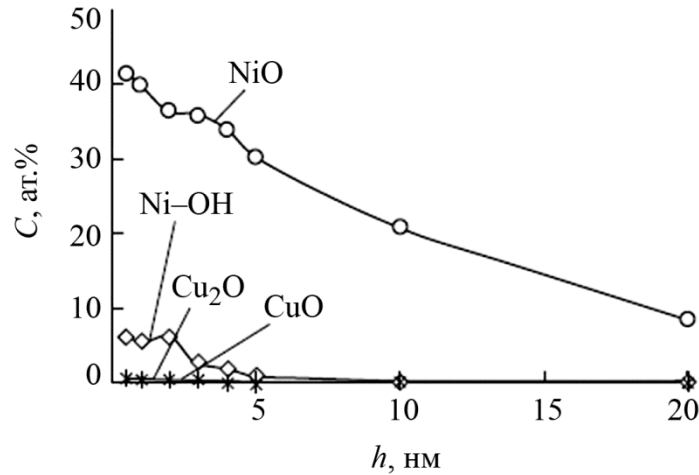


Рис. 5. Концентрация атомов кислорода, расходуемого на образование оксида никеля NiO, гидроксидов никеля Ni-OH и оксидов меди Cu₂O и CuO, в зависимости от глубины

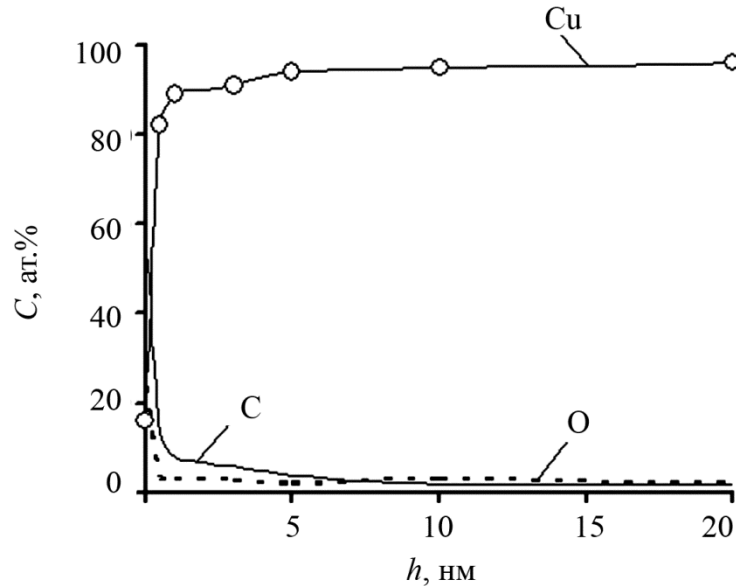


Рис. 6. Концентрационные профили распределения элементов в поверхностных слоях образца технической чистой меди марки М0, облученной ионами O⁺

Если совместить в один график концентрационные профили распределения кислорода в исследуемых системах, то можно наглядно продемонстрировать принципиально разное поведение кислорода в условиях облучения ионами O⁺ (рис. 7): очень сильное накопление кислорода в системе Cu-Mn с концентрацией до ~50 ат.% и, напротив, практически его отсутствие в системе Cu-Cu. Накопление кислорода при этом, как отмечалось выше, сопровождается образованием оксидов металлов и их выделением, как в случае системы Cu-Mn, в виде фазовых включений.

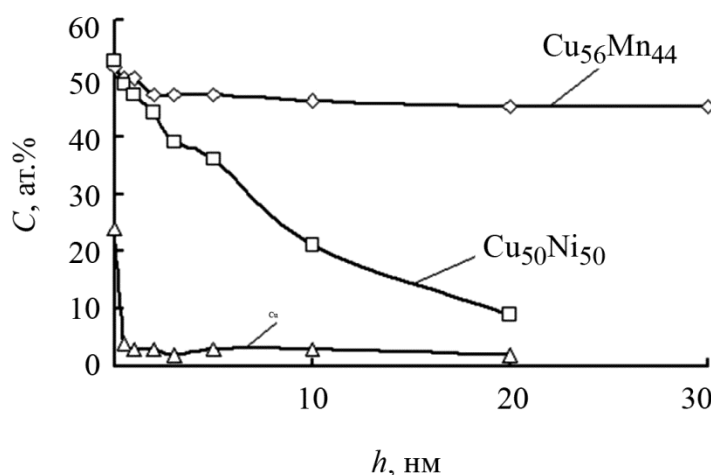


Рис. 7. Концентрационные профили распределения кислорода в поверхностных слоях образцов меди Cu, медно-никелевого сплава Cu₅₀Ni₅₀ и медно-марганцевого сплава Cu₅₆Mn₄₄ после облучения ионами O⁺

Вторая серия экспериментов заключалась в имплантации ионов N⁺ в системы Ti, Fe–Cr–Ni и Fe. Химические элементы данных систем являются основными компонентами титанового сплава ВТ6, нержавеющей стали 03Х17Н12М2Т и армко-железа соответственно. Значения энергий Гиббса ΔG° и стандартной энтальпии ΔH° образования нитридов металлов исследуемых систем представлены в табл. 2. Поскольку наименьшими значениями ΔG° и ΔH° обладает нитрид титана TiN, а самыми высокими значениями – нитриды железа Fe₂N и Fe₄N, то химическая активность к атомам азота в указанных металлических системах уменьшается от титана к железу. Исследования образцов методом РФЭС показали, что после облучения ионами N⁺ наибольшее накопление азота наблюдается в титановом сплаве ВТ6 (рис. 8 з). Если в образцах армко-железа и нержавеющей стали распределение азота представляется кривыми с максимумами ~10 и ~17 ат.% соответственно, схожими по виду с классической кривой гауссова распределения, то в титановом сплаве распределение азота имеет кривую с постепенным ростом концентрации азота в анализируемом слое до ~33 ат.% (рис. 8 з). При этом это не максимальное значение концентрации азота. Накопление азота и формирование его неклассического профиля распределения обусловлено высокой химической активностью атомов азота к атомам титана (табл. 2). По всей видимости, имплантируемый азот, внедряясь в поверхностные слои и оказываясь в окружении атомов титана, вступает с ними в химическое взаимодействие. Результат этого взаимодействия проявляется в формировании нитрида титана TiN и в накоплении азота до концентраций более 30 ат.%. Более того, это подтверждается одинаковым характером изменений профилей распределения азота и титана (рис. 8 а). Аналогичным образом ведут себя имплантируемый азот и атомы хрома в системе Fe–Cr–Ni нержавеющей стали – характеры их распределений одинаковы (рис. 8 б). Это также свидетельствует о влиянии атомов хрома на накопление азота и формирование его профиля распределения. Меньше всего, с максимумом концентрации 10 ат.% на глубине ~1–3 нм, накапливается азот в образцах армко-железа (рис. 8 в). В работе [8] было показано, что весь азот в титановом сплаве расходуется в основном на образование нитрида титана TiN с соотношением компонентов один к одному, а в образцах нержавеющей стали – на образование нитрида хрома CrN. В образцах армко-железа, наряду с нитридом железа Fe₄N, атомы азота располагаются в виде твердого раствора внедрения.

Рентгеноструктурные исследования указанных металлических систем выявили, что если в образцах армко-железа и нержавеющей стали рентгенограммы до и после облучений

не изменяются и представляются структурами на основе α -Fe и γ -Fe соответственно, то для титанового сплава к ГПУ-структуре α -Ti добавляются рефлексы фазы TiN после облучения (рис. 9).

Таким образом, выявленные из проведенных серий экспериментов закономерности формирования распределений имплантируемого иона и компонентов сплава, образования химических соединений и выделения их, как в случае титанового сплава и сплава системы Cu–Mn, в виде фазовых включений, свидетельствуют о существенной роли процессов химической природы.

Таблица 2

Энергии Гиббса ΔG° и стандартные энтальпии ΔH° образования некоторых нитридов титана, хрома и железа [24, 25]

Имплантируемый ион	Система	Образцы	Химическое соединение	Энергии Гиббса ΔG° , кДж/моль	Стандартные энтальпии образования ΔH° , кДж/моль
N ⁺	Ti	BT6	TiN	-294,4	-323
	Fe–Cr–Ni	03X17H12M2T	CrN	-103,5	-123,4
	Fe	армко-железо	Fe ₂ N	–	-3,8
			Fe ₄ N	–	-10,9

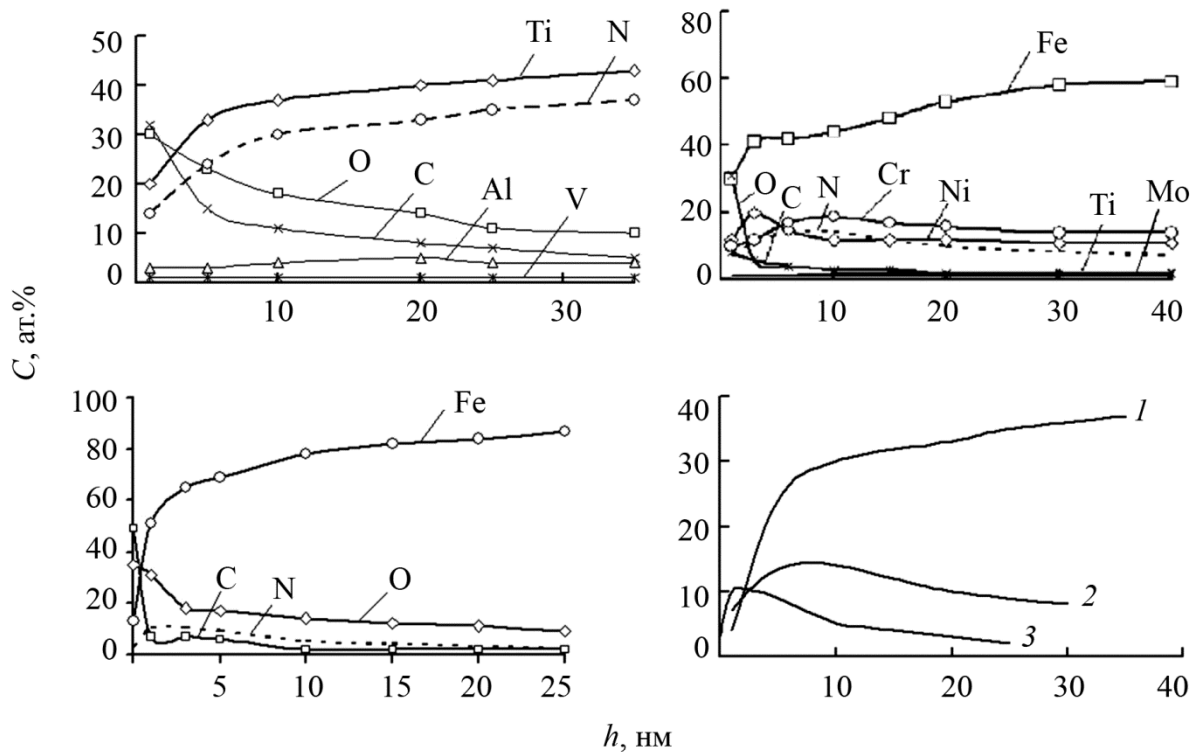


Рис. 8. Профили распределения элементов в образцах титанового сплава BT6 (а), нержавеющей стали 03X17H12M2T (б) и армко-железа (в) после имплантации ионов N⁺; профили распределения азота в образцах BT6, 03X17H12M2T и армко-железа, совмещенные в один график (г)

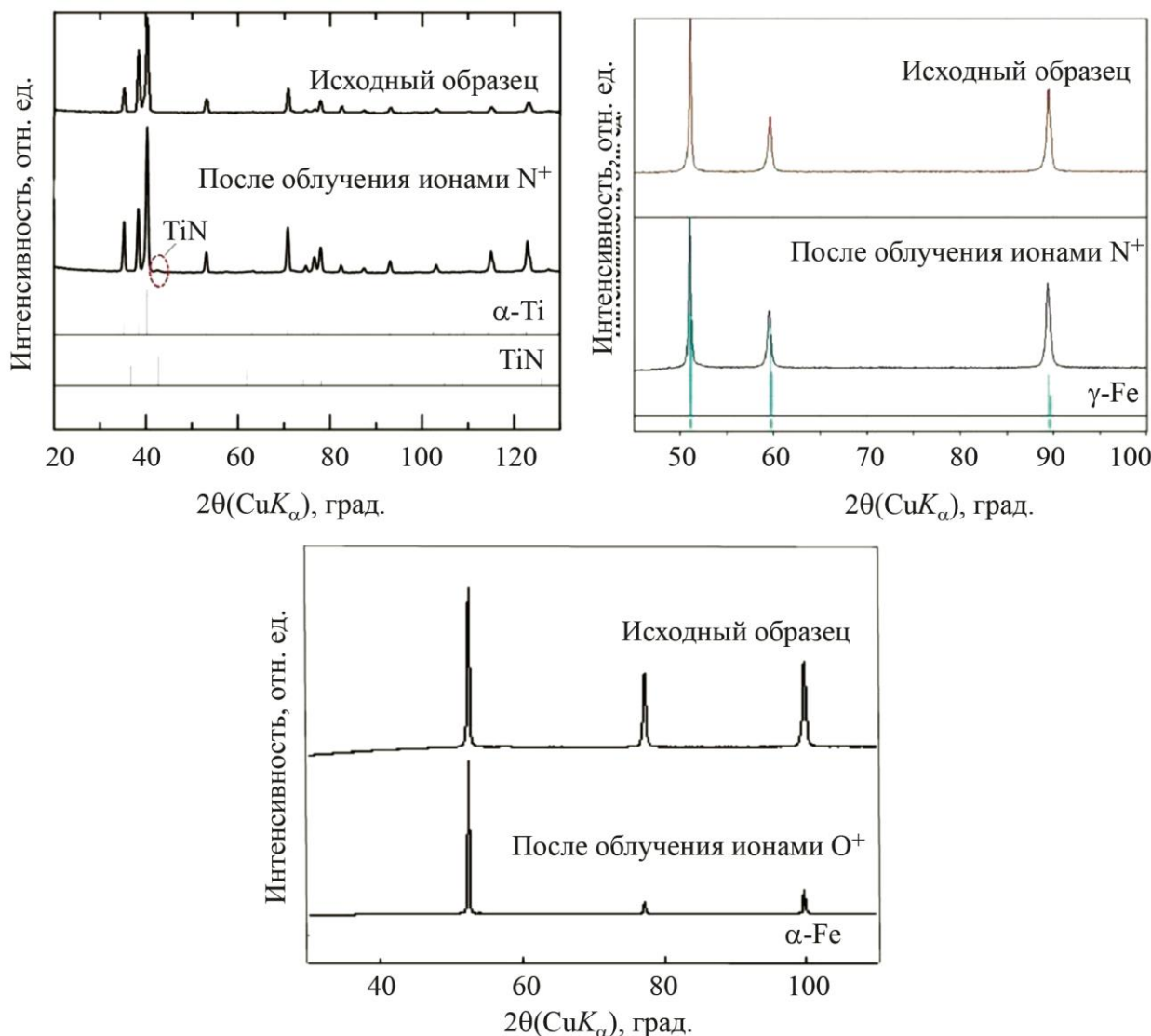


Рис. 9. Рентгенограммы образцов ВТ6 (а), 03Х17Н12М2Т (б) и армко-железа (в) до и после облучения ионами N^+

Таким образом, резюмируя результаты проведенных исследований, можно предложить модель процессов, протекающих в поверхностных слоях в условиях ионного облучения с учетом химической активности имплантируемого элемента и компонентов металлической системы. Если при ионном облучении химическая активность имплантируемого элемента к компонентам сплава невысока, то внедренные в поверхностные слои за счет кинетической энергии ионы накапливаются до концентраций не более 5–10 ат.%, что является следствием распыления поверхности при облучении. Процессы распыления, относящиеся к процессам физической природы, в этом случае определяют формирование элементного состава поверхностных слоев сплавов. Если же химическая активность имплантируемых ионов и компонентов сплавов высока, как в случае систем O-Mn или N-Ti , то имплантируемые ионы, внедряясь в поверхностные слои, вступают в химическое взаимодействие с компонентами сплава с образованием соединений с прочной химической связью и выделением их в виде фазовых включений. Процессы распыления, которые в этом случае также сопровождают облучение, при этом либо протекают менее интенсивно, чем образование химических соединений, либо энергий облучения недостаточно, чтобы разрушить прочность связей образуемых химических соединений и распылить их. В этом случае наблюдается накопление имплантируемых

ионов до концентраций в десятки ат.%. Накопление ионов сопровождается образованием химических соединений и их выделением в виде фазовых составляющих.

4. Заключение

В работе показано, что в условиях имплантации ионов химически активных элементов в металлы и их сплавы накопление имплантируемой примеси, образование химических соединений и выделение их в виде фазовых включений определяются химической активностью имплантируемого элемента к компонентам сплава.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ № 121030100002-0. В части проведения исследований методом рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии работа выполнена при поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках соглашения N 075-15-2021-1351.

Исследования выполнены с использованием оборудования ЦКП «Центр физических и физико-химических методов анализа, исследования свойств и характеристик поверхности, наноструктур, материалов и изделий» УдмФИЦ УрО РАН.

Литература

1. Ion-beam modification of chromium steel tribological behavior / D. A. Kozlov, B. L. Krit, V. V. Stolyarov, V. V. Ovchinnikov // *Inorganic Materials: Applied Research*. – 2012. – Vol. 3. – P. 216–219. – DOI: 10.1134/S2075113311030142.
2. Комаров Ф. Ф. Ионная имплантация в металлы. – М.: Энергоатомиздат., 1990. – 262 с.
3. The effect of ion implantation on tribology and hot rolling contact fatigue of Cr₄Mo₄Ni₄V bearing steel / J. Jin, Y. Chen, K. Gao, X. Huang // *Applied Surface Science*. – 2014. – Vol. 305. – P. 93–100. – DOI: 10.1016/j.apsusc.2014.02.174.
4. Влияние обработки пучками ионов (Cr+V) поверхностного слоя стали 38ХНЗМФА на износостойкость / А. Р. Сунгатулин, В. П. Сергеев, М. В. Федорищева, О. В. Сергеев // *Известия Томского политехнического университета*. – 2009. – Т. 315, № 2. – С. 134–137.
5. Братушка С. Н., Маликов Л. В. Ионно-плазменная модификация титановых сплавов // *Вопросы атомной науки и техники*. – 2011. – № 6. – С. 126–140.
6. Rautray T. R., Narayanan R., Kim K. H. Ion implantation of titanium based biomaterials // *Progress in Materials Science*. – 2011. – Vol. 56. – P. 1137–1177. – DOI: 10.1016/j.pmatsci.2011.03.002.
7. Implantation of N₂⁺, O⁺ and CO⁺ ions into titanium and Ti-6Al-4V / F. Höhl, H. Berndt, P. Mayr, H.-R. Stock // *Surface and Coatings Technology*. – 1995. – Vols. 74–75 (2). – P. 765–769. – DOI: 10.1016/0257-8972(95)08274-3.
8. Formation of surface layers of stainless steel and titanium alloy by N⁺ ion implantation / V. L. Vorobyev, P. V. Bykov, A. A. Kolotov, F. Z. Gilmutdinov, I. K. Averkiev, V. Ya. Bayankin // *Physics of Metals and Metallography*. – 2021. – Vol. 122, No. 12. – P. 1213–1219. – DOI: 10.1134/S0031918X21120139.
9. Improving the tribological properties of Ti-6Al-4V alloy by nitrogen-ion implantation / Y. Itoh, A. Itoh, H. Azuma, T. Hioki // *Surface and Coatings Technology*. – 1999. – Vol. 111, No. 2. – P. 172–176. – DOI: 10.1016/S0257-8972(98)00728-2.
10. Surface characterization of passive film formed on nitrogen ion implanted Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb alloys using sims / L. Thair, U. K. Mudali, S. Rajagopalan, R. Asokamani, B. Raj // *Corrosion Science*. – 2003. – Vol. 45, No. 9. – P. 1951–1967. – DOI: 10.1016/S0010-938X(03)00027-1.

11. Effect of O⁺ ion implantation on the composition and chemical structure of nanosized surface layers of a copper–nickel alloy Cu50Ni50 / V. L. Vorobyev, F. Z. Gilmudtinov, P. V. Bykov, V. Ya. Bayankin, A. A. Kolotov // *Physics of Metals and Metallography*. – 2018. – Vol. 119, No. 9. – P. 870–875. – DOI: 10.1134/S0031918X18090144.
12. Формирование наноразмерных слоев на поверхности 3D-металлов имплантацией ионов O⁺ / В. Л. Воробьев, Ф. З. Гильмутдинов, П. В. Быков, В. Я. Баянкин, И. Н. Климова, И. Г. Поспелова // *Химическая физика и мезоскопия*. – 2018. – Т. 20, № 3. – С. 354–364.
13. Распыление твердых тел ионной бомбардировкой / под ред. Р. Бериша. – М. : Мир, 1984. – 336 с.
14. Влияние имплантации ионов азота на коррозионно-электрохимические и другие свойства армко-железа. Ч. II. Коррозионно-электрохимическое поведение образцов армко-железа, подвергнутых имплантации ионами азота / С. М. Решетников, О. Р. Бакиева, Е. М. Борисова, В. Л. Воробьев, Ф. З. Гильмутдинов, Т. С. Картапова, В. Я. Баянкин // *Коррозия: материалы, защита*. – 2018. – № 4. – С. 1–8.
15. Bogomolov D. V., Gorodetsky A. E., Alimov V. Kh. Structure and phase transformations caused by oxygen ion implantation into titanium // *Journal of Surface Investigation. X-ray, Synchrotron and Neutron Techniques*. – 2012. – No. 6. – P. 578–586. – DOI: 10.1134/S1027451012070051.
16. Особенности формирования оксидных фаз в условиях ионного облучения титановых материалов / И. А. Курзина, И. А. Божко, Н. А. Попова, М. В. Федорищева, А. А. Качаев, Н. Р. Сизоненко // *Известия РАН. Серия физическая*. – 2013. – Т. 77, № 9. – С. 1271–1275. – DOI: 10.7868/S0367676513090263.
17. Budzynski P. Long-range effect in nitrogen ion-implanted AISI 316L stainless steel // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*. – 2015. – Vol. 342. – P. 1–6. – DOI: 10.1016/J.NIMB.2014.09.004.
18. Effect of nitrogen and molybdenum ion implantation in the tribological behavior of AA7075 aluminum alloy / R. Figueroa, C. M. Abreu, M. J. Cristóbal, G. Pena // *Wear*. – 2012. – Vols. 276–277. – P. 53–60. – DOI: 10.1016/J.WEAR.2011.12.005.
19. The effect of ion implantation on tribology and hot rolling contact fatigue of Cr4Mo4Ni4V bearing steel / J. Jin, Y. Chen, K. Gao, X. Huang // *Applied Surface Science*. – 2014. – Vol. 305. – P. 93–100. – DOI: 10.1016/J.APSUSC.2014.02.174.
20. Nitriding aluminum alloys by N-multicharged ions implantation: correlation between surface strengthening and microstructure modifications / E. Hug, S. Thibault, D. Chateigner, L. Maunoury // *Surface and Coatings Technology*. – 2012. – Vol. 206, iss. 24. – P. 5028–5035. – DOI: 10.1016/J.SURFCOAT.2012.04.033.
21. Nitrogen ion implantation on the mechanical properties of AISI 420 martensitic stainless steel / J. Zhang, Sh. Peng, A. Zhang, J. Wen, T. Zhang, Y. Xu, Sh. Yan, H. Ren // *Surface and Coatings Technology*. – 2016. – Vol. 305. – P. 132–138. – DOI: 10.1016/J.SURFCOAT.2016.08.022.
22. Shelekhov E. V., Sviridova T. A. Programs for X-ray analysis of polycrystals // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2000. – Vol. 42. – P. 309–313. – DOI: 10.1007/BF02471306.
23. Воробьев В. Л., Бакиева О. Р., Мухгалин В. В. Изменения в химическом составе и локальной атомной структуре поверхности сплавов Cu-Ni и Cu-Mn после облучения ионами аргона и кислорода // XIII международный семинар «Структурные основы модифицирования материалов», г. Обнинск, 29 июня–2 июля 2015 г. : тезисы. – Обнинск, 2015. – С. 50–51.
24. Рабинович В. А., Хавин З. Я. Краткий химический справочник. – 2-е изд., испр. и доп. – Ленинград : Химия, 1978. – 392 с.
25. Болгар А. С., Литвиненко В. Ф. Термодинамические свойства нитридов. – Киев: Наукова Думка, 1980. – 282 с.
26. URL: <https://srdata.nist.gov/xps/EnergyTypeValSrch.aspx> (date of application: 18.01.2023).

27. Анализ поверхности методами оже- и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии / под ред. Д. Бриггса, М. П. Сиха; пер. с англ. – М. : Мир, 1987. – 598 с.
28. Нефёдов В. И. Рентгеноэлектронная спектроскопия химических соединений : справочник. – М. : Химия, 1984. – 256 с.

Received: 19.04.2023

Revised: 16.06.2023



Accepted: 23.06.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.044-049

SELECTING A DEPENDENCE FOR THE APPROXIMATION OF EXPERIMENTAL DATA ON SECONDARY CREEP AND CREEP RUPTURE STRENGTH

V. V. Nazarov

*Institute of Mechanics, Lomonosov Moscow State University,
1 Michurinskiy Ave., Moscow, 119192, Russia*

 <https://orcid.org/0000-0002-9234-3646>  inmec130@mail.ru

Corresponding author. E-mail: inmec130@mail.ru

Address for correspondence: 1 Michurinskiy Ave., Moscow, 119192, Russia

Tel.: +79999162036

As a rule, for the evaluation of the mechanical characteristics of a metallic material by secondary creep and creep rupture strength, tests are carried out for uniaxial tension of cylindrical specimens under the influence of a stationary axial force. These mechanical characteristics include the experimental dependence of constant strain rate on nominal stress and the experimental dependence of rupture time on nominal stress. In order not to conduct a large number of experiments, so that these mechanical characteristics can be determined at any nominal stress, one of the two empirical dependencies is used, allowing the corresponding experimental dependences to be approximated with the smallest total error. As such empirical dependences, a power dependence with two material parameters and a fractional power dependence with four material parameters are considered, two of which acquire the definite physical meaning of starting creep stress (the maximum stress at which the strain rate is zero) and break creep stress (the minimum stress at which instantaneous rupture occurs). When choosing an empirical dependence, the author used experimental data obtained by him from mechanical tests for uniaxial tension of cylindrical VT5 and VT6 titanium alloy specimens at 650 °C. The calculated total errors testify that both empirical dependences satisfactorily approximate the considered experimental data.

Keywords: secondary creep, creep rupture strength, approximation of experimental data, titanium alloy

1. Introduction

Creep is defined as the time dependence of deformation under the action of stationary forces (or stationary stresses). This dependence is termed the creep curve and characterized by three successive stages in time: decreasing strain rate (I), constant strain rate (II), and increasing strain rate (III). In this study, stage II is considered, which is termed secondary creep. Creep rupture strength is a phenomenon associated with the creep process, in which the rupture time from a given only stationary force (or stationary stress) is considered without taking into account the history of deformation. In what follows, the paper discusses the choice of an empirical approximation for the most accurate description of secondary creep and creep rupture strength. Mechanical creep characteristics for a given material at a given temperature are extracted from experimental creep curves. The nominal stress dependence of strain rate and the nominal stress dependence of rupture time are considered as mechanical characteristics. Two different approximations are considered in order to describe

these two experimental dependencies, namely the one discussed in [1, 2] and that presented in [3]. The power dependence [1, 2] has two material parameters:

$$A_1 v_{\text{sec}}^{\text{app}} = \left(\frac{\sigma_{\text{nom}}}{\sigma_{\text{dim}}} \right)^{n_1}, \quad A_1 > 0, \quad n_1 > 0, \quad (1)$$

$$\frac{t_{\text{rupt}}^{\text{app}}}{B_1} = \left(\frac{\sigma_{\text{nom}}}{\sigma_{\text{dim}}} \right)^{-m_1}, \quad B_1 > 0, \quad m_1 > 0, \quad (2)$$

where $v_{\text{sec}}^{\text{app}}$ is elongation rate at the secondary creep; $t_{\text{rupt}}^{\text{app}}$ is rupture time; σ_{nom} is nominal stress; $\sigma_{\text{dim}} = 1 \text{ MPa}$ is arbitrary dimensionless stress; n_1 and m_1 are dimensionless parameters, A_1 and B_1 are dimension parameters, where $A_1 = [\frac{\text{h}}{\text{mm}}]$ and $B_1 = [\text{h}]$. The nominal stress $\sigma_{\text{nom}} = \frac{F}{S_0}$, where F is stationary axial force, S_0 is initial cross-sectional area. The nominal stress σ_{nom} in dependences (1) and (2) is not limited by anything. In fact, the secondary creep and the creep rupture strength under consideration are limited by ultimate creep stresses. These ultimate creep stresses are taken into account in the fractional power dependence [3], which has four material parameters:

$$A_2 v_{\text{sec}}^{\text{app}} = \left(\frac{\sigma_{\text{nom}} - \sigma_{\text{start}}}{\sigma_{\text{break}} - \sigma_{\text{nom}}} \right)^{n_2}, \quad \sigma_{\text{start}} < \sigma_{\text{nom}} < \sigma_{\text{break}}, \quad A_2 > 0, \quad n_2 > 0, \quad (3)$$

$$\frac{t_{\text{rupt}}^{\text{app}}}{B_2} = \left(\frac{\sigma_{\text{nom}} - \sigma_{\text{start}}}{\sigma_{\text{break}} - \sigma_{\text{nom}}} \right)^{-m_2}, \quad \sigma_{\text{start}} < \sigma_{\text{nom}} < \sigma_{\text{break}}, \quad B_2 > 0, \quad m_2 > 0, \quad (4)$$

where n_2 and m_2 are dimensionless parameters; A_2 and B_2 are dimension parameters, $A_2 = [\frac{\text{h}}{\text{mm}}]$ and $B_2 = [\text{h}]$. Dependencies (2) and (4) differ from each other in the graph (Fig. 1), where σ_{start} is starting creep stress (the maximum stress at which the creep process starts) and σ_{break} is breaking creep stress (the minimum stress at which instantaneous rupture occurs).

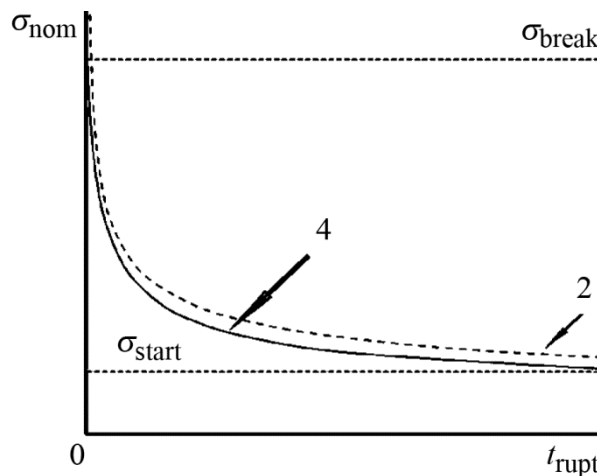


Fig. 1. The mechanical dependences (2) and (4) of nominal stress on rupture time

It is obvious that the approximation discussed in [3] can describe the experimental creep data more accurately than the approximation found in [1, 2]. The experimental study of creep for various metallic materials [4–13] shows that, to analyze mechanical characteristics, experimental scientists use the approximation discussed in [1, 2]. The practical application of the approximation presented in [3] has until recently implied the measurement of ultimate creep stresses in a special experiment. In the present study, instead of measuring starting creep stress and breaking creep stress (creep rupture stress) in an experiment, it is proposed to calculate them from the condition of the minimum total error of the difference between the experimental and approximating values of elongation rate at secondary creep and rupture time. It is proposed to ascertain the expediency and practical applicability of the approximation found in [3] by analyzing the comparison of the minimum total errors between dependences (1) and (3), as well as between dependences (2) and (4).

2. The procedure of calculating the material parameters

The total errors of the difference between the experimental and approximating values of elongation rate at secondary creep and rupture time are considered as a criterion for choosing an approximation,

$$\Delta_v = \min \left(\sum_1^N \left| \lg \frac{v_{\text{sec}}^{\text{app}}}{v_{\text{sec}}^{\text{exp}}} \right| \right) \quad (5)$$

$$\Delta_t = \min \left(\sum_1^N \left| \lg \frac{t_{\text{rupt}}^{\text{app}}}{t_{\text{rupt}}^{\text{exp}}} \right| \right), \quad (6)$$

where N is the number of experiments. The algorithm of nonlinear optimization [14] – the Generalized Reduced Gradient Method (GRG2) in the Solver Add-in of Microsoft Excel – allows the total errors (5) and (6) to be calculated, where the initial approximation $v_{\text{sec}}^{\text{app}} = v_{\text{sec}}^{\text{exp}}$ is used for the total error (5) and the initial approximation $t_{\text{rupt}}^{\text{app}} = t_{\text{rupt}}^{\text{exp}}$ is used for the total error (6).

3. Experimental data

To compare the total errors between dependences (1) and (3), as well as between dependences (2) and (4), the experimental data reported in [15] are used. These experimental data (Tables 1 and 2) have been obtained for two different titanium alloys (Tables 3 and 4) at the same high temperature, where $v_{\text{sec}}^{\text{exp}}$ is elongation rate at the secondary creep in the experiment, $t_{\text{rupt}}^{\text{exp}}$ is rupture time in the experiment.

Table 1. Experimental dependences of elongation rate at secondary creep and rupture time on nominal stress for the VT6 titanium alloy at 650 °C

σ_{nom} (MPa)	25	30	35	40	45	50	55	60	65
$v_{\text{sec}}^{\text{exp}}$ (mm/h)	0.22	0.34	0.37	0.57	0.66	1.16	1.07	1.67	1.37
$t_{\text{rupt}}^{\text{exp}}$ (h)	181.4	65.4	37.2	35.0	28.6	13.5	14.0	6.7	9.0
σ_{nom} (MPa)	70	75	80	85	90	100	110	120	120
$v_{\text{sec}}^{\text{exp}}$ (mm/h)	2.00	1.57	2.01	2.22	3.85	3.67	3.93	3.47	4.41
$t_{\text{rupt}}^{\text{exp}}$ (h)	3.7	6.4	4.8	4.0	2.5	2.5	1.7	2.1	1.4

Table 2. Experimental dependences of elongation rate at secondary creep and rupture time on nominal stress for the VT5 titanium alloy at 650 °C

σ_{nom} (MPa)	80	100	120	140	160
v_{sec}^{exp} (mm/h)	0.05	0.29	0.94	2.57	5.88
t_{rupt}^{exp} (h)	112.2	11.8	9.7	7.4	1.2

Table 3. The chemical composition of the VT6 titanium alloy

Ti	Al	V	Fe	Zr	O	C	Si
86.6	6.8	5.3	0.6	0.3	0.2	0.1	0.1

Table 4. The chemical composition of the VT5 titanium alloy

Ti	Al	V	Mo	Fe	Zr	O	Si	C
90.8	6.2	1.2	0.8	0.3	0.3	0.2	0.1	0.1

4. Material parameters and total errors

For the experimental data (Table 1), the total errors (5) and (6) and the material parameters (Table 5) of dependencies (1) and (3), as well as dependencies (2) and (4), have been calculated for 18 experimental values, where Δ_1 , Δ_2 , Δ_3 and Δ_4 are the total errors of dependencies (1), (2), (3), and (4).

Table 5. Material parameters and minimum total errors for the VT6 titanium alloy at 650 °C

$\lg A_1$ (h/mm)	n_1	Δ_1	A_2 (h/mm)	n_2	σ_{start} (MPa)	σ_{break} (MPa)	Δ_3
3.6	2.1	1.2	0.33	0.9	17	180	1.1
$\lg B_1$ (h)	m_1	Δ_2	B_2 (h)	m_2	σ_{start} (MPa)	σ_{break} (MPa)	Δ_4
6.2	2.9	1.5	2.54	1.2	21	180	1.4

The analysis of the values of σ_{start} and σ_{break} (Table 5) shows that the relative difference of σ_{start} is 19% and the relative difference of σ_{break} is 0%.

For the experimental data (Table 2), the total errors (5) and (6) and the material parameters (Table 6) of dependences (1) and (3), as well as dependences (2) and (4), have been calculated for only 5 experimental values.

Table 6. Material parameters and minimum total errors for the VT5 titanium alloy at 650 °C

$\lg A_1$ (h/mm)	n_1	Δ_1	A_2 (h/mm)	n_2	σ_{start} (MPa)	σ_{break} (MPa)	Δ_3
14.6	7.0	0.2	0.56	1.7	64	202	0.1
$\lg B_1$ (h)	m_1	Δ_2	B_2 (h)	m_2	σ_{start} (MPa)	σ_{break} (MPa)	Δ_4
14.0	6.3	0.9	5.51	1.7	60	200	0.7

The analysis of the values of σ_{start} and σ_{break} (Table 6) shows that the relative difference of σ_{start} is 6% and the relative difference of σ_{break} is 0.1%. The comparison of the values of σ_{start} and σ_{break} (Tables 5 and 6) shows that the VT5 alloy resists creep better than the VT6 alloy.

The differences between dependences (1) and (3) and dependences (2) and (4) proves to be insignificant (Figs. 2 and 3).

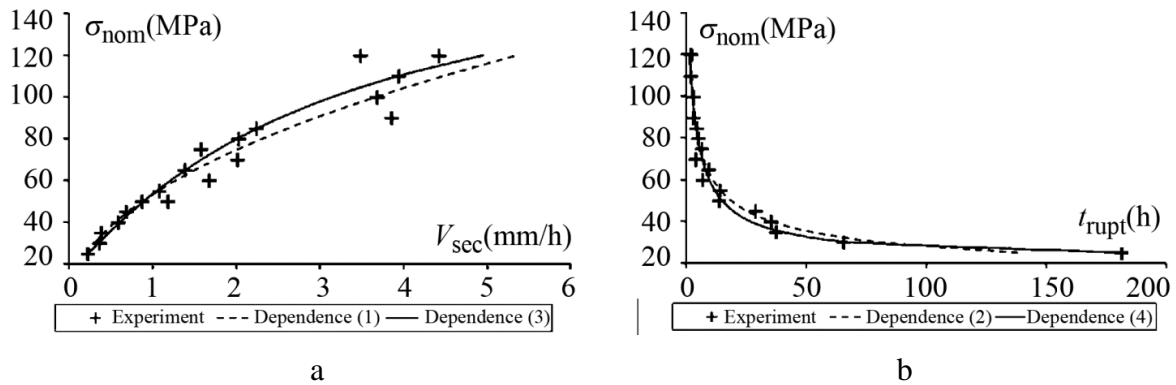


Fig. 2. Approximations of experimental data on secondary creep (a) and creep rupture strength (b) for the VT6 titanium alloy at 650 °C

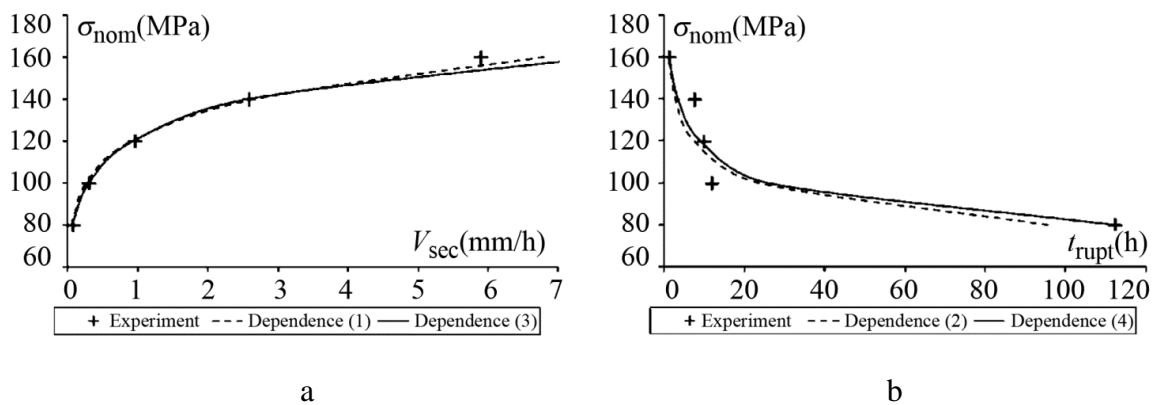


Fig. 3. Approximations of experimental data on secondary creep (a) and creep rupture strength (b) for the VT5 titanium alloy at 650 °C

5. Conclusion

An attempt has been made to solve the problem of choosing an approximation for describing secondary creep and creep rupture strength. For this purpose, two empirical approximations reported in [1, 2] and [3] have been considered. From a comparison of the minimum total errors of the difference between the experimental and approximating values of elongation rate at secondary creep and rupture time, it has been found that both approximations are almost equally well confirmed by the experimental data obtained in [15] for two different titanium alloys at the same high temperature. The approximation discussed in [3] is more physically justified than that discussed in [1, 2], and it has the following indisputable advantages: the total error is still less, and its material parameters assume relatively small values (Tables 5 and 6). The starting creep stress and the breaking creep stress, calculated from minimizing the total error of the difference between the experimental and approximating values, take values (Tables 5 and 6) almost insignificantly different from the approximations of the experimental data for elongation rate at secondary creep and rupture time. This result gives grounds to consider the calculated values of the ultimate creep stresses to be correct, and this can be useful in determining the values of starting creep stress and breaking creep stress without performing a special experiment.

References

1. Norton, F.H. *The Creep of Steel at High Temperatures*, Mc. Graw-Hill Book Company, New York, 1929, 90 p.
2. Bailey, R.W. Creep of steel under simple and compound stresses and the use of high initial temperature in steam power plant. In: *Transactions Tokyo Sectional Meeting of the World Power Conference*, Tokyo, 1929, 3, 1089.
3. Shesterikov, S.A. and Yumasheva, M.A. Specification of equation of state in creep theory. *Izvestiya AN SSSR. Mekhanika Tverdogo Tela*, 1984, 1, 86–91. (In Russian).
4. Kim, S.J., Kong, Y.S., Roh, Y.J., and Jung, W.T. On statistical properties of high temperature creep rupture data in STS304 stainless steels. *Key Engineering Materials*, 2006, 326–328, 553–556. DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.326-328.553.
5. Chu, Z., Yu, J., Sun, X., Guan, H., and Hu, Z. High-temperature creep deformation and fracture behavior of a directionally solidified Ni-base superalloy DZ951. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 2009, 40, 2927–2937. DOI: 10.1007/s11661-009-0001-4.
6. Ilyin, S.I., Koryagin, Yu.D., and Lapina, I.V. Creep of ultralight magnesium alloys at low temperatures. *Vestnik Yuzhno-Uralskogo Gosudarstvennogo Universiteta, Seriya Metallurgiya*, 2012, 15, 105–107. (In Russian).
7. Jiang, Yu-Q., Lin, Y.C., Phaniraj, C., Xia, Yu-Ch., and Zhou, H.-M. Creep and creep-rupture behavior of 2124–T851 aluminum alloy. *High Temperature Materials and Processes*, 2013, 32 (6), pp. 533–540. DOI: 10.1515/htmp-2012-0172.
8. Goyal, S., Laha, K., Selvi, S.P., and Mathew, M.D. Mechanistic approach for prediction of creep deformation, damage and rupture life of different Cr–Mo ferritic steels. *Materials at High Temperatures*, 2014, 31 (3), 211–220. DOI: 10.1179/1878641314Y.0000000016.
9. Nomura, K., Kubushiro, K., Nakagawa, H., and Murata, Y. Creep rupture strength for weld joint of 23Cr–45Ni–7W alloy. *Materials Transactions*, 2016, 57 (12), 2097–2103. DOI: 10.2320/matertrans.M2016242.
10. Zeng, L.Y., Zhao, Y.Q., Mao, X.N., Hong, Q., and Qi, Y.L. Creep features of Ti–600 alloy at the temperature of 650°C. *Materials Science Forum*, 2018, 941, 995–1003. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.941.995.
11. Dao, V.H., Yoon, K.B., Yang, G., and Oh, J.S. Determination of creep constitutive model for 28–48WCo alloy based on experimental creep tests at 817–982°C. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 2018, 32, 4201–4208. DOI: 10.1007/s12206-018-0818-0.
12. Facai, R. and Xiaoying, T. Mechanical properties of Grade 91 steel at high temperatures. *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, 1168 (2), pp. 022013. DOI: 10.1088/1742-6596/1168/2/022013.
13. Mohta, K., Gupta, S.K., Cathirvolu, S., Jaganathan, S., and Chattopadhyay, J. High temperature deformation behavior of Indian PHWR Calandria material SS 304L. *Nuclear Engineering and Design*, 2020, 368, 110801. DOI: 10.1016/j.nucengdes.2020.110801.
14. Lasdon, L.S., Fox, R.L., and Ratner, M.W. Nonlinear optimization using the generalized reduced gradient method. *Operations Research*, 1974, 8 (V3), 73–103. DOI: 10.1051/ro/197408V300731.
15. Nazarov, V.V. Short-term creep of the VT5 and VT6 titanium alloys at high temperature. *Zavodskaya Laboratoriya. Diagnostika Materialov*, 2015, 81 (6), pp. 57–60. (In Russian).

Received: 16.04.2023

Revised: 25.05.2023









Accepted: 23.06.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.050-065

THERMOPHYSICAL PROPERTIES OF A Cu–Ti–C–B SHS COMPOSITE

N. B. Pugacheva^{a)}, T. M. Bykova^{b)}, * E. I. Senaeva^{c)}, and L. S. Goruleva^{d)}

*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russia*

- a)  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  nat@imach.uran.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  tatiana_8801@mail.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0001-8625-2310>  nata5-4@yandex.ru;
d)  <https://orcid.org/0000-0001-8635-5213>  sherlarisa@yandex.ru

*Corresponding author. E-mail: tatiana_8801@mail.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russia
Tel.: +7 (343) 362-3043, fax: +7 (343) 374-5330

The paper studies the thermophysical properties of a Cu-Ti-C-B composite produced by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) of an initial mixture of copper, titanium, boron carbide (B₄C), and carbon powders. The matrix of the composite is a supersaturated solid solution of titanium in a copper lattice with Cu₄Ti nanosized particles homogeneously precipitated under cooling. The matrix microhardness is 450 HV 0.1. Particles of titanium carbide (TiC) and titanium diboride (TiB₂) resulting from SHS are randomly distributed in the bulk of the composite. The microhardness of the regions with the predominance of TiC particles is 640 HV 0.1, and the microhardness of the regions with the predominance of TiB₂ particles is 900 HV 0.1. The average hardness of the composite is 60 HRC. Differential scanning calorimetry demonstrates a unified wide exothermic effect at temperatures ranging from 750 to 1000 °C, with an enthalpy of 148.6 J/g, associated with the exothermic reaction between residual titanium and boron carbide (B₄C), which did not react during SHS. The temperature dependences of density, thermal diffusivity, heat capacity, thermal conductivity, and the coefficient of linear thermal expansion are experimentally determined. The particles of the strengthening phases are found to reduce slightly the thermal properties of the composite compared to pure copper. It is shown that annealing at temperatures of 800 and 860°C decreases the level of residual stresses in the composite matrix.

Keywords: composite, self-propagating high-temperature synthesis, copper matrix, microstructure, heat capacity, thermal conductivity, linear thermal expansion, residual stresses

Acknowledgment

The study was financed by the RSF, grant No. 22-29-00188, <https://rscf.ru/project/22-29-00188/> “Development of Scientific and Technological Foundations for the Formation of Monolithic SHS Cu–Ti–C–B Composites with Tailored Functional Properties”. The equipment of the Plastometriya shared research facilities at the Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, was used in the research.

References

1. Osintsev O.E., Fedorov V.N. *Med i mednye splavy. Otechestvennye i zarubezhnye marki: spravochnik* [Copper and Copper Alloys. Domestic and Foreign Grades: Reference Book]. Moscow, Innovatsionnoe Mashinostroenie Publ., 2016, 360 p. (In Russian).

2. Han S.Z., Semboshi S., Ahn J.H., Choi E.-A., Cho M., Kadoi Y., Kim K. & Lee J. Accelerating heterogeneous nucleation to increase hardness and electrical conductivity by deformation prior to ageing for Cu-4 at.% Ti alloy. *Philosophical Magazine Letters*, 2019, vol. 99, iss. 8, pp. 275–283. DOI: 10.1080/09500839.2019.1670879.
3. Maki K., Ito Y., Matsunaga H., Mori H. Solid-solution copper alloys with high strength and high electrical conductivity. *Scripta Materialia*, 2013, vol. 68, pp. 777–780. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.12.027.
4. Kolachev B.A., Elagin V.N., and Livanov V.A. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka tsvetnykh metallov i splavov* [Physical Metallurgy and Heat Treatment of Nonferrous Metals and Alloys]. Moscow, MISIS Publ., 2005, 427 p. (In Russian).
5. Gorsse S., Ouvrard B., Goune M., Poulon-Quintin A. Microstructural design of new high conductivity – high strength Cu-based alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, vol. 633, pp. 42–47. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.01.234.
6. Zhu C., Ma A., Jiang J., Li X., Song D., Yang D., Yuan Y., Chen J. Effect of ECAP combined cold working on mechanical properties and electrical conductivity of Conform-produced Cu–Mg alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 582, pp. 135–140. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.08.007.
7. Volkov A.Yu., Antonov B.D., Patrakov E.I., Volkova E.G., Komkova D.A., Kalonov A.A., Glukhov A.V. Abnormally high strength and low electrical resistivity of the deformed Cu/Mg–composite with a big number of Mg–filaments. *Materials & Design*, 2020, vol. 185, pp. 108276. DOI: 10.1016/j.matdes.2019.108276.
8. Merzhanov A.G. Theory of gasless combustion. *Arch. Procesow Spalania (Warsaw)*, 1974, vol. 5, No. 1, pp. 17–39.
9. Amosov A.P., Borovinskaya I.P., and Merzhanov A.G. *Poroshkovaya tekhnologiya samorasprostranyayushchegosya vysokotemperaturnogo sinteza materialov* [Powder Technology of Self-Propagating High-Temperature Synthesis of Materials: Textbook]. Moscow, Mashinostroenie–1 Publ., 2007. (In Russian).
10. Kim J.S., Dudina D.V., Kom J.C., Kwon Y.S., Park J.J., Rhee C.K. Properties of Cu-based nanocomposites produced by mechanically-activated self-propagating high-temperature synthesis and spark–plasma sintering. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2010, vol. 10, No. 1, pp. 252–257. DOI: 10.1166/jnn.2010.1523.
11. Hoang O.N.T., Hoang V.N., Kim J.S., Dudina D.V. Structural investigations of TiC–Cu nanocomposites prepared by ball milling and spark plasma sintering. *Metals*, 2017, vol. 7, iss. 4, pp. 123. DOI: 10.3390/met7040123.
12. Liang Y.H., Wang H.Y., Yang Y.F., Wang Y.Y., Jiang Q.C. Evolution process of synthesis of TiC in the Cu–Ti–C system. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008, vol. 452, iss. 2, pp. 293–303. DOI: 10.1016/j.jallcom.2006.11.024.
13. Volkov A.Yu., Kalonov A.A., Komkova D.A. Effect of annealing on the structure, mechanical and electrical properties of Cu/Mg–composite wires. *Materials Characterization*, 2022, vol. 183, pp. 111606. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111606.
14. Pugacheva N.B., Nikolin Yu.V., Bykova T.M., Senaeva E.I. Influence of the chemical composition of the matrix on the structure and properties of monolithic SHS composites. *Obrabotka Metallov (Tekhnologiya, Oborudovanie, Instrumenty)*, 2021, vol. 23, No. 3, pp. 124–138. DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.3-124-138.
15. Pugacheva N.B., Nikolin Yu.V., Bykova T.M., Senaeva E.I. Structure and properties of a Cu–Ti–C–B composite. *Physics of Metals and Metallography*, 2022, vol. 123, No. 1, pp. 43–49. DOI: 10.1134/S0031918X22010100.
16. Pugacheva N.B., Nikolin Yu.V., Senaeva E.I. The structure and wear resistance of a Ti–Ni–Fe–C–B composite. *AIP Conf. Proc.*, 2019, vol. 2176, iss. 1, pp. 020007-1–020007-4. DOI: 10.1063/1.5135119.

17. Pugacheva N.B.; Bykova T.M., Senaeva E.I. Structure and character of destruction of the Cu–Ti–Al–Ni–Fe–C–B composite after abrasive wear. *Physics of Metals and Metallography*, 2022, vol. 123, No. 10, pp. 963–970. DOI: 10.1134/S0031918X22600920.
18. Pugacheva N.B., Orishich A.M, Volkova E.G., Makarov A.V., Senaeva E.I., Malikov A.G. Role of ultra-fine intermetallic particles and martensite in strengthening of AISI 321/Cu/Ti laser welded joint. *Material Characterization*, 2022, vol. 185, pp. 111702. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111702.
19. Neimark B.E., ed. *Fizicheskie svoystva staley i splavov, primenyaemykh v energetike* [Physical Properties of Steels and Alloys Used in Power Engineering: Reference Book]. Moscow, Leningrad, Energiya Publ., 1967, 240 p. (In Russian).
20. Golovin V.A., Krucher G.N. *Listy i lentyy iz tyazhelykh tsvetnykh metallov* [Sheets and Tapes Made of Heavy Nonferrous Metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1985, 384 p. (In Russian).
21. Goldschmidt H.J. *Interstitial Alloys*, London, Butterworths, 1967, 632 p.

Подана в журнал: 16.04.2023









УДК 669.017.16:536.02:536.4:536.6

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.3.050-065

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СВС КОМПОЗИТА Cu–Ti–C–B

Н. Б. Пугачева^{а)}, Т. М. Быкова^{б)}, * Е. И. Сенаева^{в)}, Л. С. Горюлева^{г)}

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения имени Э. С. Горкунова УрО РАН,
ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Российская Федерация*

- ^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  nat@imach.uran.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  tatiana_8801@mail.ru;
^{в)}  <https://orcid.org/0000-0001-8625-2310>  nata5-4@yandex.ru;
^{г)}  <https://orcid.org/0000-0001-8635-5213>  sherlarisa@yandex.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: tatiana_8801@mail.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 362–30–43, факс: +7 (343) 374–53–30

Проведены исследования теплофизических свойств композита Cu–Ti–C–B, полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) исходной смеси порошков меди, титана карбида бора B₄C и углерода. Матрица композита представляет собой пересыщенный твердый раствор титана в кристаллической решетке меди с гомогенно выделившимися при охлаждении наноразмерными частицами Cu₄Ti. Микротвердость матрицы составила 450 HV 0,1. Частицы карбида титана TiC и диборида титана TiB₂, образовавшиеся в результате СВС, хаотично распределены в объеме композита. Микротвердость участков с преобладанием частиц TiC составила 640 HV 0,1, а участков с преобладанием частиц TiB₂ – 900 HV 0,1. Средняя твердость композита 60 HRC. Методом дифференциальной сканирующей калориметрии установлен единый широкий экзотермический эффект в интервале температур 750–1000 °C с энтальпией 148,6 Дж/г, связанный с протеканием экзотермической реакцией между остаточными титаном и карбидом бора B₄C, непрореагировавшими в ходе СВС. Экспериментально определены температурные зависимости плотности, теплопроводности, теплоемкости, теплопроводности, коэффициента линейного теплового расширения. Установлено, что частицы упрочняющих фаз незначительно снижают теплофизические свойства композита по сравнению с чистой медью. Показано, что отжиги при температурах 800 и 860 °C снижают уровень остаточных напряжений в матрице композита.

Ключевые слова: композит, самораспространяющийся высокотемпературный синтез, медная матрица, микроструктура, теплоемкость, теплопроводность, линейное тепловое расширение, остаточные напряжения

1. Введение

Медь является уникальным металлом благодаря низкому электрическому сопротивлению, поэтому она выбрана в качестве эталона для измерения электропроводящих свойств различных материалов (International Annealed Copper Standard) [1–3]. Именно поэтому медь используется главным образом в электротехнике, в гораздо меньшей степени она используется в машиностроении, строительстве и транспорте. Недостатком чистой меди являются низкие прочностные свойства, которые зависят от вида технологической обработки. Например, бескислородная медь марки М00б характеризуется тем, что в деформированном состоянии $\sigma_b = 340–450$ МПа, а в отожженном состоянии $\sigma_b = 220–245$ МПа [4]. Одним из путей повышения прочности медных сплавов является создание новых композиционных материалов

с медной матрицей [2, 3, 5–7]. Такие композиты предназначены для деталей и элементов конструкций электротехнического и теплообменного назначения. Особый интерес представляет использование медной матрицы при самораспространяющемся высокотемпературном синтезе (СВС). Этот процесс основан на проведении экзотермических химических реакций взаимодействия исходных реагентов, в результате которых образуются твердые химические соединения (карбиды, нитриды, бориды, оксиды и т. п.) и материалы на их основе [8–10]. Основными реагентами в СВС-процессах являются порошки металлов и неметаллов, а конечными продуктами – порошки, спеченные массивные (монокристаллические) материалы или покрытия.

Преимущества технологии СВС заключаются в существенном снижении затрат электроэнергии для нагрева до высоких температур, т. к. работает тепло, выделяемое реакцией горения, в использовании простого малогабаритного оборудования и реализации больших скоростей процесса [11, 12]. Формирующиеся в результате СВС композиты отличаются повышенной прочностью и износостойкостью [13–15]. Особенность применения меди в качестве матричного металла состоит в ее относительно невысокой температуре плавления (1083 °С), что обеспечивает жидкотекучесть металлической составляющей композита, а значит и высокую плотность формируемой структуры по сравнению с железной или железоникелевой матрицей.

Выполненные ранее исследования показали, что СВС-композиты системы Cu–Ti–C–B обладают высокой твердостью, прочностью и износостойкостью [15–17]. Эти свойства обеспечивают частицы упрочняющих фаз, формирующихся в результате синтеза в медной матрице. Исследования теплофизических свойств таких композитов до сих пор неизвестны.

Цель данного исследования заключается в определении влияния структуры и фазового состава СВС-композита Cu–Ti–C–B на комплекс теплофизических свойств.

2. Материалы и методы исследования

2.1. Материалы

Исследованные монокристаллические композиты Cu–Ti–C–B получены методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза в режиме безгазового твердофазного горения с последующим горячим прессованием. Для формирования матрицы исследованных композитов использовали порошок меди марки ПМС-1 с содержанием меди 99,5 мас.% (рис. 1 а). В качестве терморреагирующих компонентов (ТРК) были выбраны порошки Ti (99,5 масс.% Ti), C и B₄C (рис. 1 б, в). Экзотермические реакции, происходящие между компонентами ТРК при их нагреве, повышают температуру всей порошковой смеси вплоть до температур плавления ее составляющих. Основными экзотермическими реакциями являются:



Расчет процентного содержания ТРК в составе исходной порошковой смеси производился из условия осуществления реакций (1) и (2) в стехиометрических пропорциях. Доля ТРК в исходной смеси составляла 30 %.

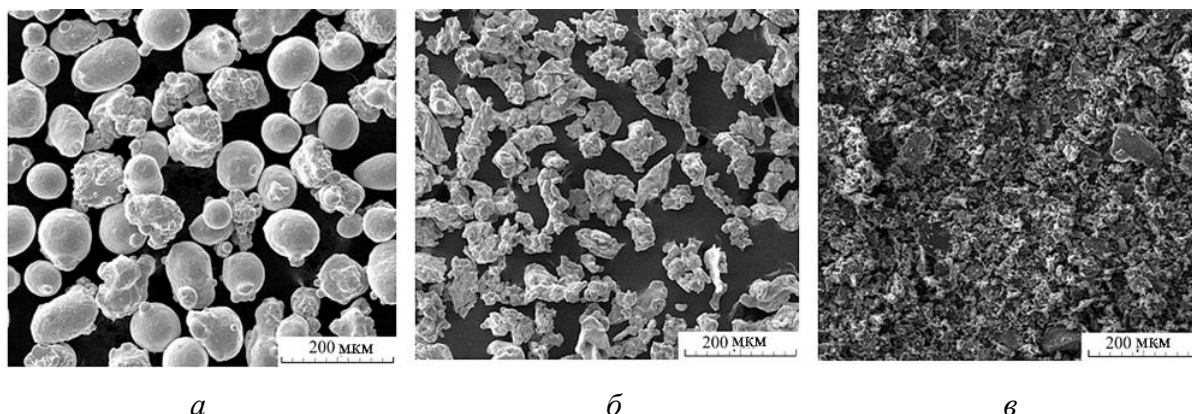


Рис. 1. Морфология порошков, использованных для синтеза композита Cu–Ti–C–В:
Cu (а); Ti (б); V_4C (в)

Исходные порошки перемешивали в шаровой мельнице, затем засыпали в трубу из стали марки Ст3, выполняющую одновременно роль реактора открытого типа и внешней оболочки заготовки. Затем заготовку помещали в электрическую печь и нагревали до температуры начала экзотермических реакций (1000 °С). Сразу после завершения процесса синтеза проводили горячее компактирование – прессование на гидравлическом прессе при температуре 900 °С под нагрузкой 250 МПа (рис. 2 а). В результате получили монолитные сэндвич-пластины, состоящие из наружной стальной оболочки, внутри которой сформировался композит Cu–Ti–C–В (рис. 2 а).



Рис. 2. Внешний вид сэндвич-пластины (а) и ее поперечное сечение (б);
1– композит Cu–Ti–C–В, 2 – стальная оболочка

2.2. Методы исследования

Микроструктуру, химический и фазовый составы полученных композитов исследовали на поперечных резах полученных заготовок (рис. 2 б) с помощью сканирующего электронного микроскопа Tescan Vega II XMU с энергодисперсионной приставкой Oxford. Фазовый рентгеноструктурный анализ проводили на рентгеновском дифрактометре Shimadzu в $K\alpha$ излучении хрома. Остаточные напряжения I рода определяли стандартизованным методом « $\sin^2\psi$ » по рентгеновской линии (220) для меди. Твердость композита измеряли на твердомере TP 5006 методом Роквелла по шкале HRC, микротвердость – на твердомере Leica при

нагрузках 100 и 300 г. Плотность d определяли по результатам взвешивания на аналитических весах Ohaus Pioneer PA 214 образцов размерами $7 \times 7 \times 20$ мм и расчетов по формуле

$$d = m/V, \quad (4)$$

где m – масса композита, V – объем образца.

Для термического анализа образцов композита использовали прибор синхронного термического анализа Netzsch STA 409. Температурная программа включала нагрев от комнатной температуры до $1000\text{ }^\circ\text{C}$ со скоростью $10\text{ }^\circ/\text{мин}$. Образцы размерами $10 \times 10 \times 3$ мм помещали в тигли из Al_2O_3 . Измерения температуропроводности $a(T)$ выполняли методом лазерной вспышки на автоматизированном экспериментальном приборе LFA 457 фирмы Netzsch. Образец устанавливали на специальный держатель и помещали в электропечь с карбидокремневыми нагревателями и инертной атмосферой. Нагрев нижней части образца производился лазерным импульсом длительностью 0,5 мс. Изменение температуры верхней части образца регистрировали InSb ИК-детектором. Результаты измерений $a(T)$ усредняли по трем «выстрелам» на каждой точке. Измерения проводили в режиме нагрева в интервале температур от комнатной до $1000\text{ }^\circ\text{C}$. Теплопроводность рассчитывали по известному соотношению

$$\lambda = c_p \cdot a \cdot d, \quad (5)$$

где λ – теплопроводность, a – коэффициент температуропроводности, d – плотность, c_p – теплоемкость.

Температурная зависимость плотности $d(T)$ была найдена из уравнения

$$d(T) = d_0/(1+3\alpha T), \quad (6)$$

где d_0 – плотность при комнатной температуре, α – температурный коэффициент линейного расширения (ТКЛР), который определяли на dilatометре Netzsch DIL 402C с использованием высокочувствительного датчика-преобразователя линейного перемещения. Исследование теплового расширения проводили с постоянной скоростью нагрева $4\text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$ в атмосфере высокочистого гелия.

3. Результаты исследования и обсуждение

3.1. Микроструктура, химический и фазовый составы композита

При формировании композита плавление меди начинается одновременно с синтезом, поэтому горячее компактирование после окончания синтеза обеспечивает формирование плотного композита без пор в центральной части сэндвич-пластины. Химический состав (таблица 1) определен усреднением результатов сканирования 10 участков поверхности шлифа (рис. 2 б) площадью 2×2 мм.

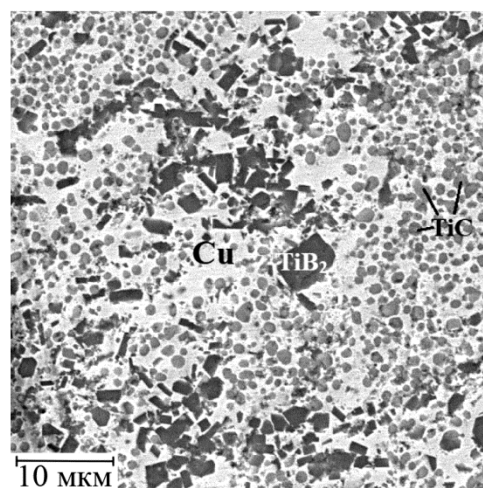
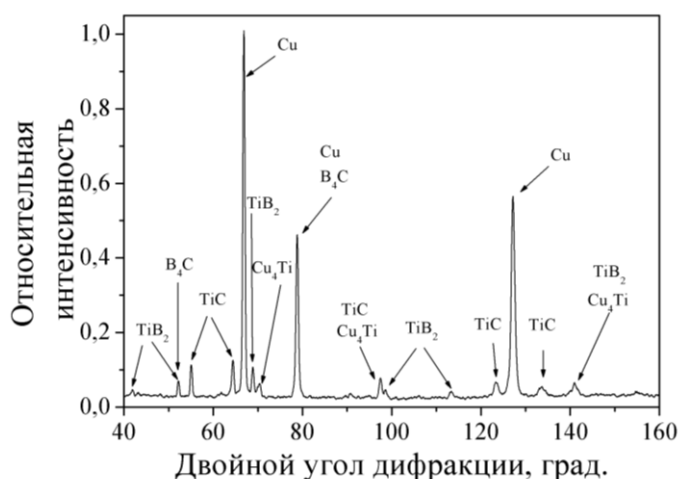
Таблица 1

Химический состав композита, масс.%

В	С	Ti	Cu
8–9	5–6	23–25	остальное

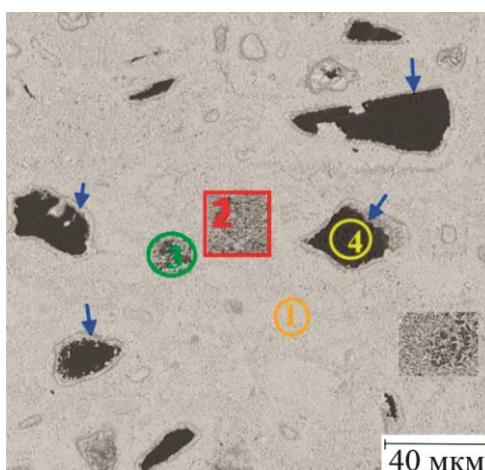
Металлическая матрица композита Cu–Ti–C–В представляет собой твердый раствор на основе меди, в кристаллической решетке которой растворено небольшое количество титана. Упрочняющими фазами являются образовавшиеся в результате синтеза частицы карбида титана TiC и диборида титана TiB₂. По результатам фазового рентгеноструктурного анализа

в композите Cu–Ti–C–B зафиксированы четыре фазы: Cu, TiC, TiB₂ и B₄C (рис. 3 а). Частицы серого цвета глобулярной формы соответствуют соединению TiC, а частицы черного цвета правильной огранки соответствуют по химическому составу соединению TiB₂ (рис. 3 б). Частицы карбида титана TiC имеют размеры от 0,1 до 1,5 мкм, их количество составило около 14 масс.%, а частицы диборида титана TiB₂ – от 0,5 до 3,0 мкм, их количество составило 7 масс.%. В композите обнаружены частицы непрореагировавшего карбида бора B₄C (обозначено цифрой 4 на рис. 3 в), количество которого составило не более 2,0 масс.%. Вокруг частиц B₄C зафиксированы прослойки титана (обозначены стрелками на рис. 3 в), общее количество титана составило около 1,5 масс.%.
Согласно диаграмме состояния системы Cu–Ti [20] максимальная растворимость Ti в кристаллической решетке меди составляет 8 ат.% при температуре 885 °С, а при комнатной температуре она не превышает 0,4 ат.%. При охлаждении композита Cu–Ti–C–B после синтеза избыточный титан уходит из пересыщенного твердого раствора на основе меди и образует наноразмерные частицы Cu₄Ti, морфология которых была изучена ранее в работе [18]. Общее количество частиц Cu₄Ti очень мало, их размеры в среднем составляют 10 нм, поэтому на дифрактограмме им соответствуют рефлексы весьма малой интенсивности (рис. 3 а).



а

б



в

Рис. 3. Фрагмент дифрактограммы (а) и микроструктура (б, в) композита Cu–Ti–C–B (цифрами на рис. в отмечены участки микроанализа, стрелками – прослойки титана)

Таблица 2

Химический состав структурных составляющих композита Cu–Ti–C–B на участках, отмеченных на рис. 3 в, масс. %

№ участка	Ti	C	B	Cu
1	32	3	0	Balance
2	24	20	7	
3	25	8	23	
4	0	23	77	0

На границе внешней стальной оболочки и композита при температуре СВС медь и титан диффундируют в сталь, а железо из стали проникает в композит, формируется диффузионная зона шириной около 40 мкм (рис. 4 а). За счет диффузионных процессов образуется единая сэндвич-пластина с прочной связью между стальной оболочкой и сформировавшимся композитом. Концентрация элементов плавно меняется по ширине диффузионной зоны (рис. 4 б).

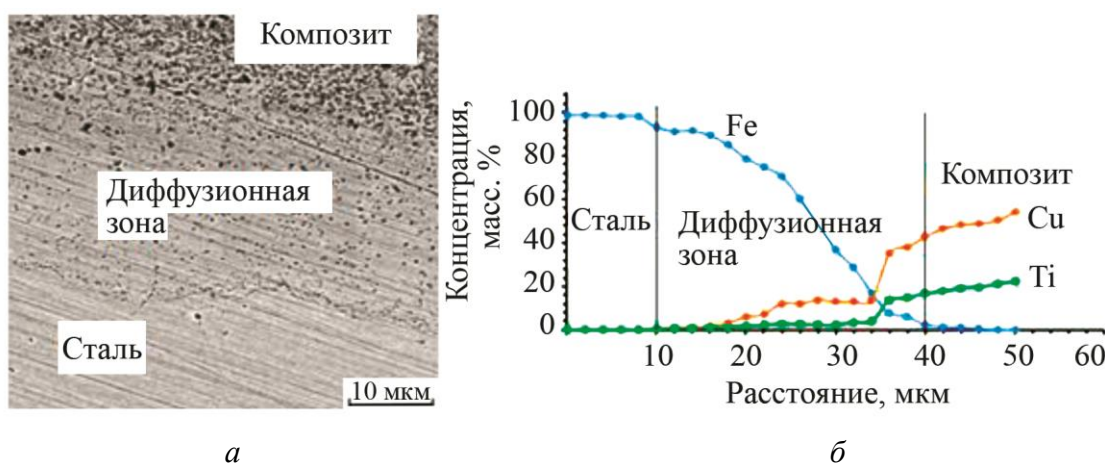


Рис. 4. Микроструктура диффузионной зоны на границе сталь/композит (а) и распределение химических элементов по ширине диффузионной зоны (б)

3.2. Микротвердость

Микротвердость медной матрицы композита Cu–Ti–C–B (обозначена цифрой 1 на рис. 3 в) колеблется от 397 до 513 HV 0,1, среднее значение составило 450 HV 0,1. Такие значения микротвердости обусловлены присутствием наноразмерных частиц Cu_4Ti в твердом растворе на основе меди. Микротвердость участков композита с преобладанием частиц TiC (участок 2 на рис. 3 в) изменяется от 590 до 760 HV 0,1 и в среднем составила 640 HV 0,1. Области композита с преобладанием частиц TiB_2 (участок 3 на рис. 3 в) характеризуются микротвердостью от 790 до 1000 HV 0,1 (среднее значение 900 HV 0,1). Участки с непрореагировавшими по реакции (2) частицами карбида бора B_4C (обозначены 4 на рис. 3 в) имеют микротвердость 1400 HV 0,1. На границе композита с наружной стальной оболочкой образовалась диффузионная зона, в которой микротвердость меняется плавно от 200 HV 0,1 в стальной оболочке до 420–650 HV 0,1 в композите (рис. 5).



Рис. 5. Распределение микротвердости на границе стальной оболочки и композита Cu–Ti–C–B

3.3. Теплофизические свойства композита

Дифференциальная сканирующая (ДСК) калориметрия показала, что исследованный композит характеризуется широким экзотермическим эффектом в температурном интервале 600–1000 °С с энтальпией 60 Дж/г (рис. 6). Наиболее вероятно, что это связано с протеканием экзотермической реакции (2), в которой участвуют непрореагировавшие частицы карбида бора B_4C и остаточный титан, расположенный вокруг этих частиц.

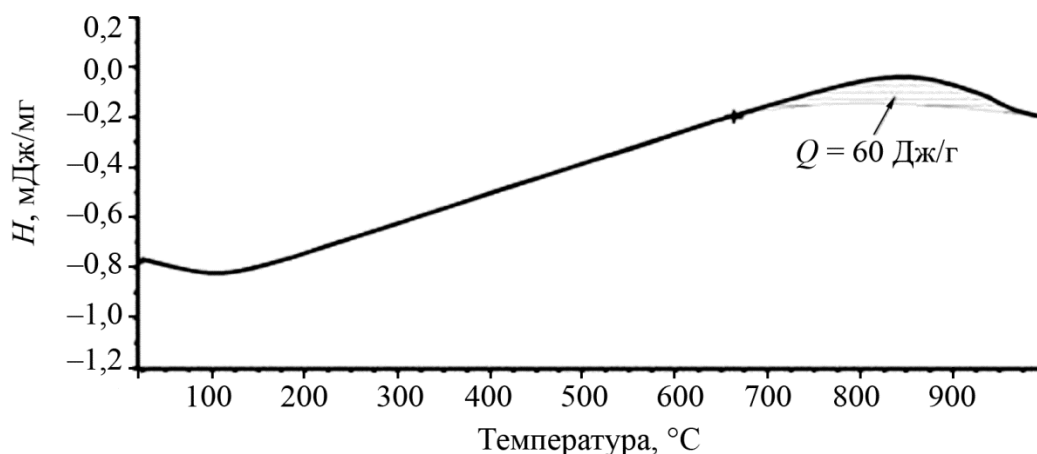


Рис. 6. ДСК-кривая композита Cu–Ti–C–B

Плотность композита с медной матрицей при комнатной температуре составила $6,7 \text{ г/см}^3$. Для сравнения: плотность чистой меди составляет $8,98 \text{ г/см}^3$ [19]. Более легкие компоненты композита – TiC , TiB_2 и B_4C – снижают его плотность. При температуре около 700 °С (973 К) на температурной зависимости плотности композита наблюдали перегиб (рис. 7 а). Выше этой температуры скорость изменения плотности немного увеличилась. При комнатной температуре температуропроводность композита Cu–Ti–C–B составила $13 \text{ мм}^2/\text{с}$. Это на порядок меньше температуропроводности чистой меди ($117,5 \text{ мм}^2/\text{с}$) [19]. На температурной зависимости температуропроводности (а) максимальные значения зафиксированы при температурах 800–873 К и 973–1073 К (рис. 7 б).

Теплоемкость композита при комнатной температуре $0,297 \text{ Дж/г}\cdot\text{град}$, что на 20 % меньше теплоемкости чистой меди ($0,389 \text{ Дж/г}\cdot\text{град}$) и в 2–3 раза меньше теплоемкости сталей, никелевых и титановых сплавов [19]. При нагреве композита теплоемкость незначительно увеличивается (рис. 7 с). Максимальные значения зафиксированы при температуре 873 К (600 °С) и 1073 К (800 °С). Теплопроводность композита при комнатной температуре,

рассчитанная по формуле (5), составила 45 Вт/м·град, что на порядок ниже теплопроводности чистой меди (386 Вт/м·град), но в 2–4 раза выше теплопроводности сталей, никелевых и титановых сплавов [19]. Теплопроводность композита плавно увеличилась при нагреве до 800 К, максимальные значения зафиксированы при температурах 873 К (600 °С) и 1073 К (800 °С) (рис. 7 д). Частицы упрочняющих фаз TiC, TiB₂ и Cu₄Ti снижают теплофизические свойства меди, но в целом эти свойства остаются на высоком уровне по сравнению со сталями, никелевыми и титановыми сплавами.

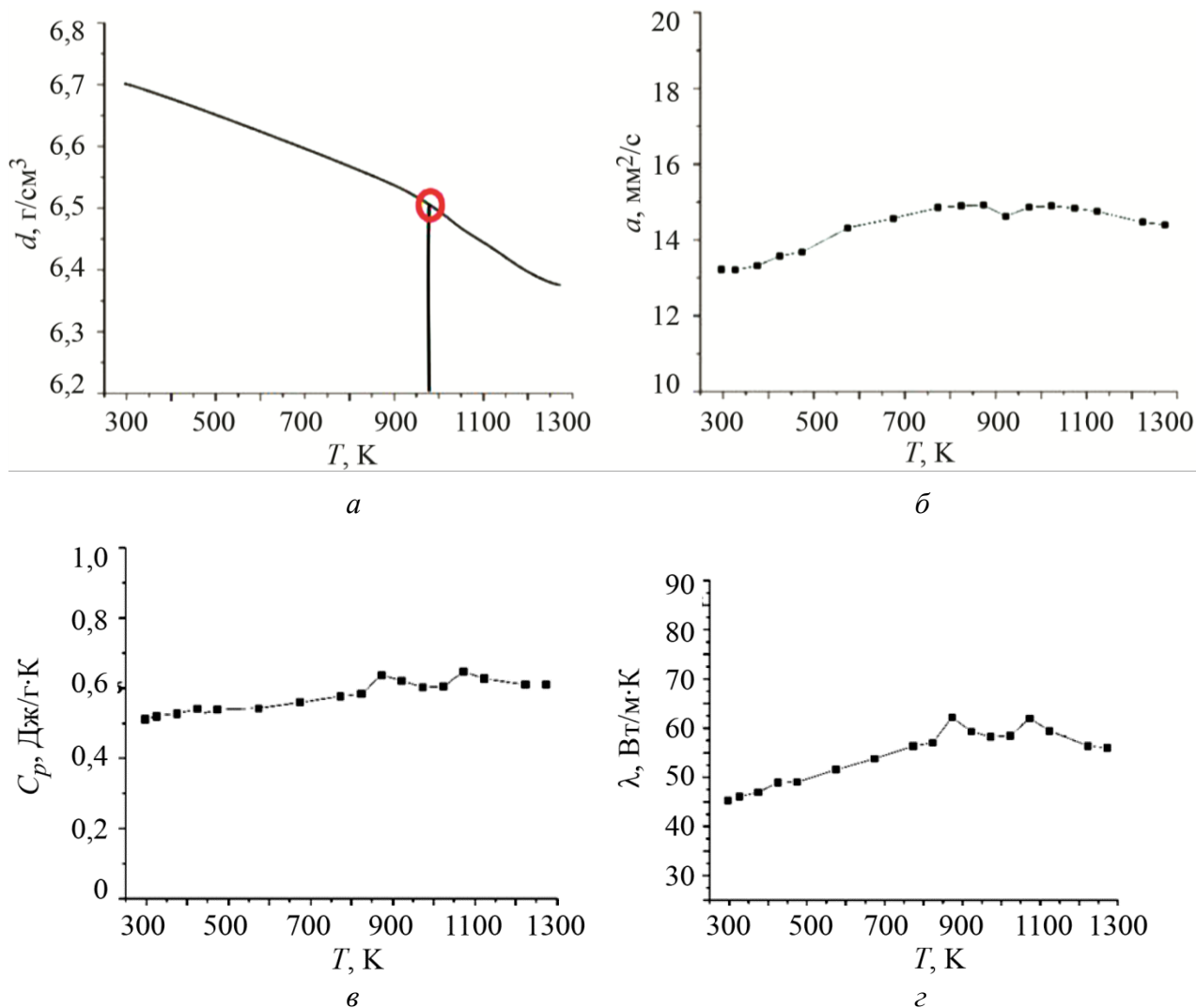


Рис. 7. Температурные зависимости теплофизических свойств композита Cu–Ti–C–B: плотность (а); температуропроводность (б); теплоемкость (в); теплопроводность (г)

Дилатометрический анализ показал, что при нагреве выше температуры 615 °С происходит существенное изменение длины образца (рис. 8). ТКЛР (α) композита в интервале температур 23–100 °С составил в среднем $0,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, что почти в 15 раз меньше коэффициента теплового расширения чистой меди и бронз [19]. Если для чистой меди характерно скачкообразное увеличение α при нагреве до 200 °С [20], то исследованный композит показал более стабильные значения ТКЛР при увеличении температуры. При нагреве α меняется по линейному закону, при температуре 680 °С увеличивается угол наклона температурной зависимости α (рис. 8). В диапазоне температур от 600 до 1000 °С на температурной зависимости линейного удлинения образца явно выражены два максимума (760 и 860 °С) и мини-

мум (810 °С). Эти три температуры были выбраны для проведения отжигов с целью определения изменения микроструктуры и фазового состава композита.

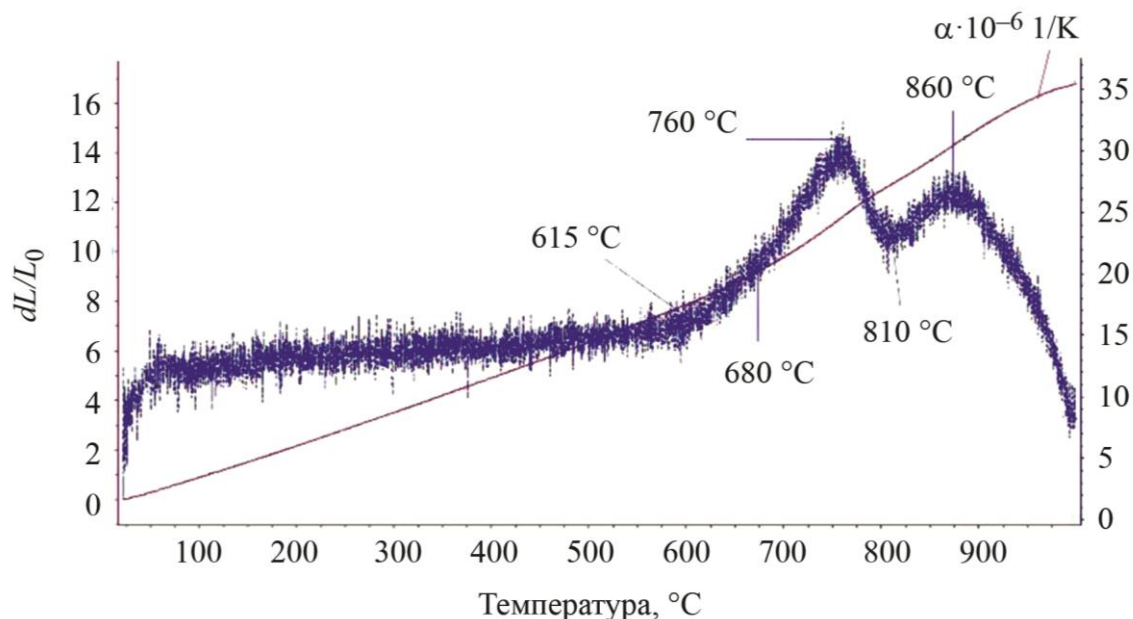
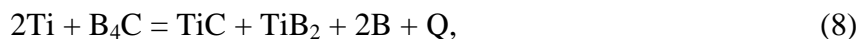


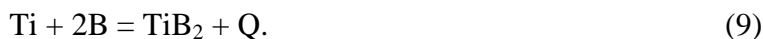
Рис. 8. Температурное расширение композита Cu–Ti–C–B

Отжиги проводили на образцах размерами 10×10×5 мм с выдержкой 1 час и последующим охлаждением на воздухе. Фазовый рентгеноструктурный анализ не выявил появления новых фаз или растворения присутствующих в композите (рис. 9). После отжига при температуре 760 °С заметно увеличились интенсивности дифракционных максимумов упрочняющих фаз TiC, TiB₂ и Cu₄Ti (рис. 9 а). Интенсивность дифракционных максимумов TiC и TiB₂ несколько уменьшилась при увеличении температуры отжига до 810 и 860 °С (рис. 9 б и в), но осталась больше, чем у исходных композитов (рис. 3 а). После отжига при конечной температуре нагрева при ДСК-анализе (1100 °С на рис. 6) интенсивность дифракционных максимумов упрочняющих фаз уменьшается и становится минимальной, что свидетельствует о частичном их растворении в кристаллической решетке на основе меди.

Отжиг при 760 °С не изменил величину остаточных напряжений, при температуре отжига 810 °С остаточные напряжения уменьшились до –170 МПа, а при температуре отжига 860 °С они уменьшились до –100 МПа (табл. 3). Исследования фазового состава и структуры композита Cu–Ti–C–B после отжигов при выбранных температурах показали, что экзотермическая реакция между остаточными титаном и карбидом бора протекает ступенчато:



а затем



Об этом свидетельствует наличие свободного бора в композите Cu–Ti–C–B после отжига при 810 °С (рис. 10 а). После отжига при 860 °С ни остаточного карбида бора, ни свободного бора в композите не обнаружено. На участках бывшего остаточного карбида бора зафиксированы частицы TiB₂ (обозначены стрелкой на рис. 10 б).

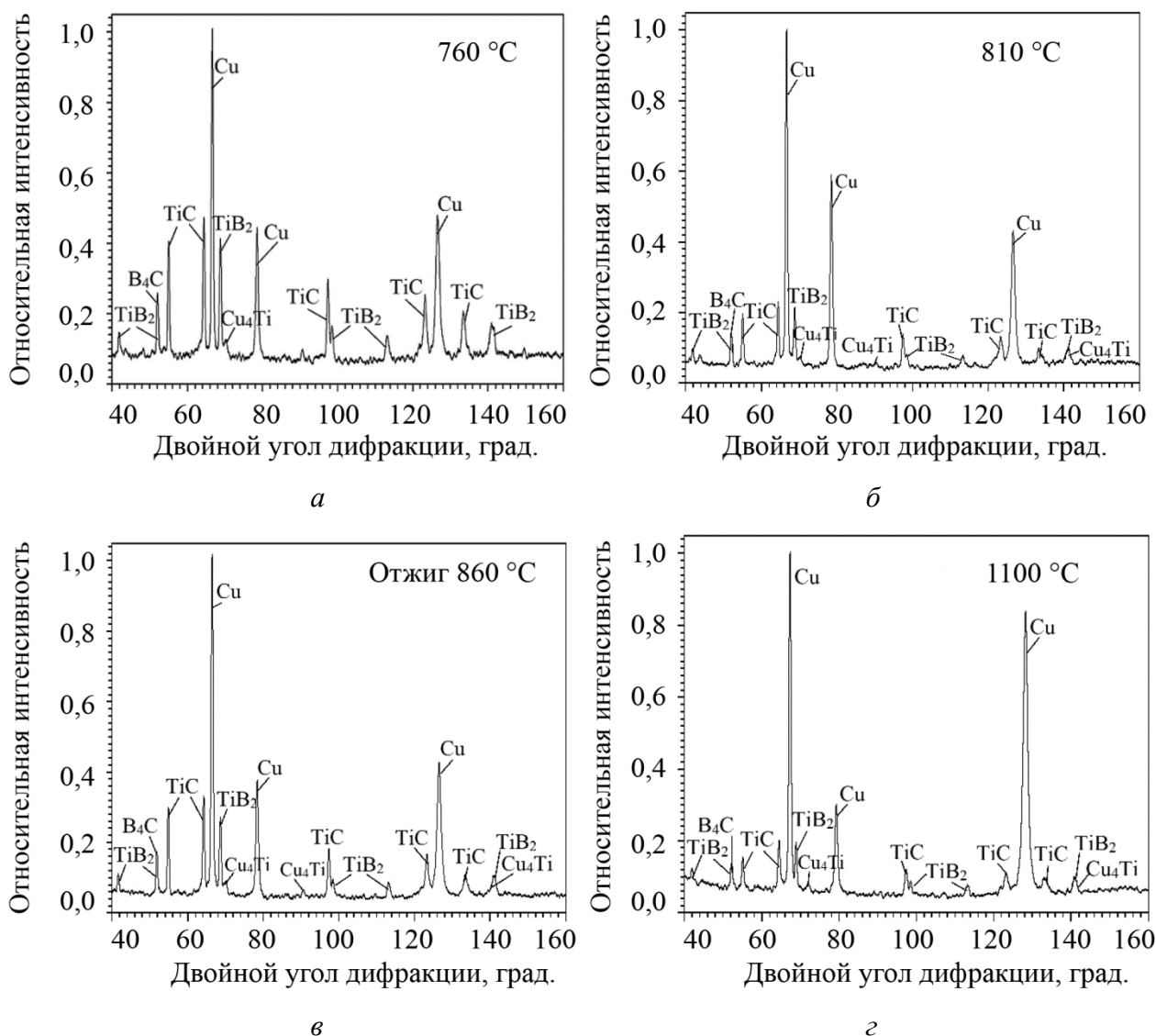


Рис. 9. Фрагменты дифрактограмм композита Cu–Ti–C–B после отжигов: 760 °C (а); 810 °C (б); 860 °C (в); 1100 °C (г)

Параметр решетки твердого раствора на основе меди незначительно увеличивается при повышении температуры отжига (табл. 3), что свидетельствует о частичном растворении упрочняющих фаз в кристаллической решетке меди. После отжигов композита при 760 и 810 °C твердость увеличивается, а после отжига при 860 °C немного уменьшается, но остается выше, чем у исходного образца (табл. 3).

Таблица 2

Изменение параметра решетки медной матрицы, величины остаточных напряжений и твердости после отжигов композита Cu–Ti–C–B при разных температурах

№	Температура отжига в течение 1 ч, °C	a , Å	$\sigma_{ост}$, МПа	HV 0,3
1	Исходное состояние композита	3,622	-200	436
2	760	3,627	-200	476
3	810	3,627	-170	485
4	860	3,628	-100	462

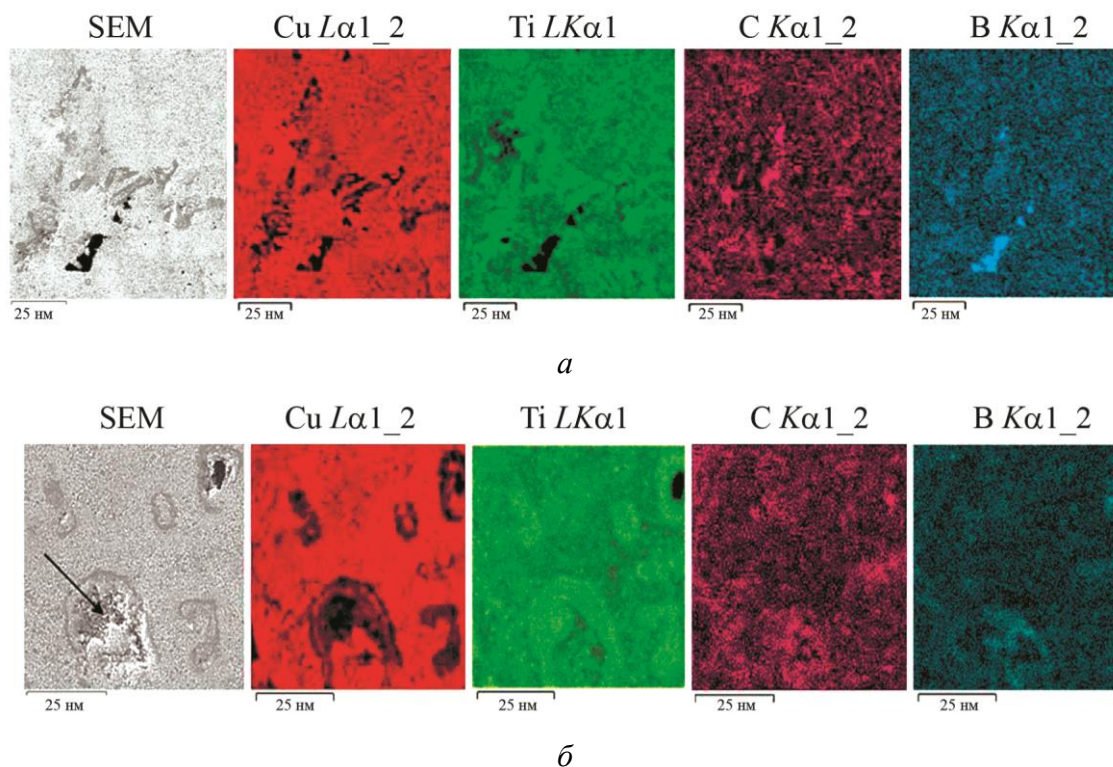


Рис. 10. Микроструктура и распределение элементов в композите после отжига в течение 1 ч: 810 °С (а); 860 °С (б)

Характер изменения микротвердости композита Cu–Ti–C–B при нагрузке 300 г после отжигов при температурах 760, 810 и 860 °С (табл. 2) свидетельствует о протекании двух конкурирующих процессов при нагреве: с одной стороны, происходит растворение частиц упрочняющих фаз, в первую очередь наноразмерных интерметаллидов Cu_4Ti , с другой – дисперсионное твердение за счет образования частиц TiB_2 и TiC в результате экзотермических реакций (8) и (9).

4. Заключение

В результате выполненных исследований были получены следующие результаты.

Композит Cu–Ti–C–B, полученный методом СВС, состоит из матрицы Cu+ Cu_4Ti и армирующих частиц TiC и TiB_2 .

Отличительной особенностью формирования композита является плавление меди практически одновременно с инициализацией СВС. В окружении жидкой фазы некоторые частицы B_4C не успели прореагировать с титаном, поэтому в структуре композита присутствуют единичные частицы B_4C , окруженные титановыми прослойками.

При нагреве композита происходит экзотермическая реакция взаимодействия остаточных частиц B_4C с окружающим их титаном. Дополнительные отжижки композита при температурах 810–860 °С позволяют удалить остаточные частицы B_4C в композите Cu–Ti–C–B и снизить уровень остаточных напряжений в матрице.

Упрочняющие фазы уменьшают плотность и снижают показатели теплопроводности по сравнению с чистой медью, но эти показатели существенно выше по сравнению со сталями, никелевыми и титановыми сплавами. Температурные зависимости теплоемкости и теплопроводности обусловлены процессами растворения наноразмерных частиц Cu_4Ti и образования упрочняющих фаз TiC и TiB_2 при экзотермической реакции между остаточными титаном и карбидом бора.

Благодарности

Исследования выполнены за счет гранта РНФ № 22-29-00188, <https://rscf.ru/project/22-29-00188/> «Разработка научных и технологических основ формирования монолитных СВС-композитов системы Cu–Ti–C–B с заданными функциональными свойствами». Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования «Пластометрия» Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института машиноведения им. Э. С. Горкунова Уральского отделения Российской академии наук.

Литература

1. Осинцев О. Е., Федоров В. Н. Медь и медные сплавы: отечественные и зарубежные марки : справочник. – 2-е изд. – М. : Инновационное машиностроение, 2016. – 360 с.
2. Accelerating heterogeneous nucleation to increase hardness and electrical conductivity by deformation prior to ageing for Cu-4 at. % Ti alloy / S. Z. Han, S. Semboshi, J. H. Ahn, E.-A. Choi, M. Cho, Y. Kadoi, K. Kim & J. Lee // Philosophical Magazine Letters. – 2019. – Vol. 99, iss. 8. – P. 275–283. – DOI: 10.1080/09500839.2019.1670879.
3. Solid-solution copper alloys with high strength and high electrical conductivity / K. Maki, Y. Ito, H. Matsunaga, H. Mori // Scripta Materialia. – 2013. – Vol. 68 (10). – P. 777–780. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.12.027.
4. Колачев Б. А., Елагин В. И., Ливанов В. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. – 4-е изд., перераб. и доп. – М. : МИСИС, 2005. – 427 с.
5. Microstructural design of new high conductivity – high strength Cu-based alloy / S. Gorsse, B. Ouvrard, M. Goune, A. Poulon-Quintin // Journal of Alloys and Compounds. – 2015. – Vol. 633. – P. 42–47. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.01.234.
6. Effect of ECAP combined cold working on mechanical properties and electrical conductivity of Conform-produced Cu–Mg alloys / C. Zhu, A. Ma, J. Jiang, X. Li, D. Song, D. Yang, Y. Yuan, J. Chen. // Journal of Alloys and Compounds. – 2014. – Vol. 582.– P. 135–140. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.08.007.
7. Abnormally high strength and low electrical resistivity of the deformed Cu/Mg–composite with a big number of Mg–filaments / A. Yu Volkov, B. D. Antonov, E. I. Patrakov, E. G. Volkova, D. A. Komkova, A. A. Kalonov, A. V. Glukhov // Materials & Design. – 2020. – Vol. 185. – P. 108276. – DOI: 10.1016/j.matdes.2019.108276.
8. Merzhanov A. G. Theory of gasless combustion // Arch. Procesow Spalania (Warsaw). – 1974. – Vol. 5, No. 1. – P. 17–39.
9. Амосов А. П., Боровинская И. П., Мержанов А. Г. Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов. – М. : Машиностроение–1, 2007. – 471 с.
10. Properties of Cu-based nanocomposites produced by mechanically-activated self-propagating high-temperature synthesis and spark–plasma sintering / J. S. Kim, D. V. Dudina, J. C. Kom, Y. S. Kwon, J. J. Park, C. K. Rhee // Journal of Nanoscience and Nanotechnology. – 2010. – Vol. 10, No. 1. – P. 252–257. – DOI: 10.1166/jnn.2010.1523.
11. Structural investigations of TiC–Cu nanocomposites prepared by ball milling and spark plasma sintering / O. N. T. Hoang, V. N. Hoang, J. S. Kim, D. V. Dudina // Metals. – 2017. – Vol. 7, iss. 4. – P. 123. – DOI: 10.3390/met7040123.
12. Evolution process of synthesis of TiC in the Cu–Ti–C system / Y. H. Liang, H. Y. Wang, Y. F. Yang, Y. Y. Wang, Q. C. Jiang // Journal of Alloys and Compounds. – 2008 – Vol. 452, iss. 2. – P. 293–303. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2006.11.024.
13. Volkov A. Yu., Kalonov A. A., Komkova D. A. Effect of annealing on the structure, mechanical and electrical properties of Cu/Mg–composite wires // Materials Characterization. – 2022. – Vol. 183. – P. 111606. – DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111606.

14. Влияние химического состава матрицы на структуру и свойства монолитных СВС-композитов / Н. Б. Пугачева, Ю. В. Николин, Т. М. Быкова, Е. И. Сенаева // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2021. – Т. 23, № 3.– P. 124–138. – DOI: 10.17212/1994-6309-2021-23.3-124-138.
15. Structure and properties of a Cu–Ti–C–B composite / N. B. Pugacheva, Yu. V. Nikolin, T. M. Bykova, E. I. Senaeva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2022. – Vol. 123, No. 1. – P. 43–49. – DOI: 10.1134/S0031918X22010100.
16. Pugacheva N. B., Nikolin Yu. V., Senaeva E. I. The structure and wear resistance of a Ti–Ni–Fe–C–B composite // *AIP Conf. Proc.* – 2019. – Vol. 2176, iss. 1. – P. 020007-1–020007-4. – DOI: 10.1063/1.5135119.
17. Pugacheva N. B., Bykova T. M., Senaeva E. I. Structure and character of destruction of the Cu–Ti–Al–Ni–Fe–C–B composite after abrasive wear // *Physics of Metals and Metallography*. – 2022. – Vol. 123, No. 10. – P. 963–970. – DOI: 10.1134/S0031918X22600920.
18. Role of ultra-fine intermetallic particles and martensite in strengthening of AISI 321/Cu/Ti laser welded joint / N. B. Pugacheva, A. M. Orishich, E. G. Volkova, A. V. Makarov, E. I. Senaeva, A. G. Malikov // *Material Characterization*. – 2022. – Vol. 185. – P. 111702. – DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111702.
19. Физические свойства сталей и сплавов, применяемых в энергетике : справочник / под ред. Б. Е. Неймарка. – Москва; Ленинград : Энергия, 1967. – 240 с.
20. Головин В. А., Кручер Г. Н. Листы и ленты из тяжелых цветных металлов. – М. : Металлургия, 1985. – 383 с.
21. Гольдшмидт Х. Дж. Сплавы внедрения : в 2 вып. / пер. с англ. С. Н. Горина и Б. А. Клыпина ; под ред. Н. Т. Чеботарева. – Москва : Мир, 1971. – Вып. 1. – 424 с.