
Diagnostics, Resource and Mechanics *of materials and structures*

Editor-in-Chief: **Eduard S. Gorkunov**, RAS Academician (Russia)
Deputy Editors-in-Chief: **Sergey V. Smirnov**, **Sergey V. Gladkovsky**

Editorial Council

Chairman: **Eduard S. Gorkunov**, RAS Academician (Russia)

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)
Mitko M. Mihovski (Bulgaria)
Nikita F. Morozov (Russia)
Vladimir V. Moskvichev (Russia)
Sergey V. Panin (Russia)
Sergey G. Psakhye (Russia)
Vasily M. Fomin (Russia)
Shao Wen-zhu (China)

Editorial Board

Boris V. Artemyev (Moscow)
Vladimir A. Bataev (Novosibirsk)
Aleksandr K. Belyaev (St.-Peterburg)
Vera V. Berezovskaya (Ekaterinburg)
Sergey V. Burov (Ekaterinburg)
Vladimir O. Vaskovsky (Ekaterinburg)
Dmitry I. Vichuzhanin (Ekaterinburg)
Mladen N. Georgiev (Sofia, Bulgaria)
Vladimir G. Degtyar (Miass)
Igor G. Emelyanov (Ekaterinburg)
Sergey M. Zadvorkin (Ekaterinburg)
Alexander G. Zalazinsky (Ekaterinburg)
Anatoly V. Kononov (Ekaterinburg)
Vladimir N. Kostin (Ekaterinburg)
Aleksey V. Makarov (Ekaterinburg)
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)
Yury V. Subachev (Ekaterinburg)
Alexander I. Ulyanov (Izhevsk)
Yulia V. Khudorozhkova (Ekaterinburg)

Eelena E. Verstakova, editor of the English translation
Irina M. Tsiklina, 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: Горкунов Эдуард Степанович – академик РАН, д.т.н.
Заместители главного редактора: Сергей Витальевич Смирнов, д.т.н.; Сергей Викторович Гладковский, д.т.н.

Редакционный совет:

Председатель совета – Горкунов Эдуард Степанович, академик РАН, д.т.н. (Россия)

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)
Миховски Митко Минков, д.т.н. (Республика Болгария)
Морозов Никита Федорович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Москвичев Владимир Викторович, д.т.н. (Россия)
Панин Сергей Викторович, д.т.н. (Россия)
Псахье Сергей Григорьевич, член-корр. РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Фомин Василий Михайлович, академик РАН, д.ф.-м.н. (Россия)
Шао Вэнь-чжу, профессор (Китай)

Редакционная коллегия:

Главный редактор – Горкунов Эдуард Степанович, академик РАН, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – Смирнов Сергей Витальевич, д.т.н. (Екатеринбург)

Зам. главного редактора – Гладковский Сергей Викторович, д.т.н. (Екатеринбург)

Артемьев Борис Викторович, д.т.н., (Москва)
Батаев Владимир Андреевич, д.т.н. (Новосибирск)
Беляев Александр Константинович, д.ф.-м.н., (Санкт-Петербург)
Березовская Вера Владимировна, д.т.н., (Екатеринбург)
Буров Сергей Владимирович, к.т.н. (Екатеринбург)
Васьковский Владимир Олегович, д.ф.-м.н. (Екатеринбург)
Вичужанин Дмитрий Иванович, к.т.н. (Екатеринбург)
Георгиев Младен Николов, д.т.н. (София, Республика Болгария)
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)
Макаров Алексей Викторович, д.т.н. (Екатеринбург)
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, 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)
Субачев Юрий Владимирович, 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
Циклина Ирина Михайловна – редактор текста
Гариева Анна Валерьевна – верстальщик текста
Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора
Шакиров Рауль Нурович, 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

Zadvorkin S. M., Shveikin V. P., Kalashnikov S. T. and Antenorova N. P. On the applicability of electromagnetic testing methods to detecting discontinuities in steel structures intended for operation in aggressive media under extreme loads	8
Tolmachev T. P., Pilyugin V. P., Patselov A. M., Ancharov A. I. and Inozemtsev A. V. Mechanical alloying and fracture features of non-equilibrium Cu-Co alloys	18
Brusentseva T. A., Smirnova E. O. and Veretennikova I. A. Studying the influence of the nature of the filler on the mechanical properties of the DER-330 epoxy resin	27
Polyanskiy A. M., Polyanskiy V. A., Frolova K. P. and Yakovlev Yu. A. Hydrogen diagnostics of metals and alloys	37
Pushin A. V., Belosludtseva E. S., Kuranova N. N. and Pushin V. G. Features of low-temperature crystallization of Ti_2NiCu amorphized by the method of spinning from melt	51
Grigoreva P. M., Vilchevskaya E. N. Influence of diffusion models on chemical reaction front kinetics	59
Druzhinin A. V., Vladimirov A. P. and Tsvetkova E. V. Teoretical bases of magneto-optical refractometry for transparent media.....	83
Milyutin V. A., Gervasieva I. V. Application of the instrumented nanoindentation method to evaluating the behavior of the mechanical properties of a Fe-Ga alloy with increasing gallium content.....	90
Kazakov A. L., Spevak L. F. and Nefedova O. A. On the numerical-analytical approaches to solving a nonlinear heat conduction equation with a singularity.....	100
Nosov A. P., Gribov I. V., Moskvina N. A., Druzhinin A. V., Osotov V. I. Thin film FeGa-FeCoGa/Metglas/LGT structures for magnetoelectric sensors of magnetic field	117
Perminov D. A., Druzhkov A. P. and Arbuzov V. L. Positron annihilation study of the microstructural evolution of deformed austenitic iron-nickel alloys	126
Putilova E. A., Zadvorkin S. M., Gorkunov E. S. and Mushnikov A. N. Studying the effect of plastic deformation on the mechanical and magnetic characteristics of high-strength bimetal materials intended for use in the arctic climate.....	136
Telegin A. V., Sukhorukov Yu. P. Magnetotransmission effect in magnetostrictive $CoFe_2O_4$ for the case of the voigt geometry.....	149
Danilov S. E., Arbuzov V. L. Separation of a solid solution of a Fe-Ni invar alloy with different types of point defect sinks under electron irradiation	157
Pudov V. I., Dragoshanskii Yu. N. and Doroshek A. S. Efficiency of local deformation effects on the magnetic structure of core elements	165
Artemiev I. A., Krasnov M. L., Rusakov G. M. and Danilov S. V. Determination of thermal effects of diffusionless phase transformations in low-carbon low-alloy steels at high cooling rates	173

Petrova P. N., Gogleva O. V. Development of tribotechnical materials based on mixtures of fluoroplasts	184
Doronin S. V., Filippova Yu. F. Modeling of the multi-level process of damage accumulation in a reflector skeleton with an inhomogeneous structure	191
Kuznetsova E. I., Degtyarev M. V., Krinitsina T. P. and Blinova Yu. V. The structure of MgB ₂ ceramics synthesized under quasi-hydrostatic pressing	203
Kurilin S. P., Denisov V. N. The development of topological diagnostic methods of asynchronous electric machines	214
Teplov V. S., Bessonov V. D. Micromagnetic modeling of magnetization autoresonance in yig thin films with induced uniaxial anisotropy	222
Valov I. I., Kabanov Yu. P. Studying a force action on a flat boundless barrier from a gas generator activated underwater	229
Novgorodov D. V., Rybalko V. G., Shleenkov A. S. and Surkov A. Yu. A study of gas pipeline emergency failure	237
Novgorodov D. V., Rybalko V. G. and Shleyenkov A. S. The stress state instability factor and its effect on the growth of stress corrosion cracking defects	249
Rybalko V. G., Novgorodov D. V. and Surkov A. Yu. Constructing a model of the interaction of cracks in gas pipelines	255

СОДЕРЖАНИЕ

Задворкин С. М., Швейкин В. П., Калашников С. Т., Антенорова Н. П. О возможности применения электромагнитных методов контроля для обнаружения дефектов сплошности стальных конструкций, предназначенных для эксплуатации в агрессивных средах при экстремальных нагрузках	8
Толмачев Т. П., Пилюгин В. П., Пацелов А. М., Анчаров А. И., Иноземцев А. В. Механическое сплавление и особенности разрушения неравновесных сплавов системы Co-Cu	18
Брусенцева Т. А., Смирнова Е. О., Веретенникова И. А. Исследование влияния природы наполнителя на механические характеристики эпоксидной смолы DER-330	27
Полянский А. М., Полянский В. А., Фролова К. П., Яковлев Ю. А. Водородная диагностика металлов и сплавов	37
Пушин А. В., Белослудцева Е. С., Куранова Н. Н., Пушин В. Г. Особенности низкотемпературной кристаллизации сплава Ti_2NiCu аморфизированного методом спиннингования струи расплава	51
Григорьева П. М., Вильчевская Е. Н. Влияние выбора модели диффузии на кинетику химической реакции	59
Дружинин А. В., Владимиров А. П., Цветкова Е. В. Методологические основы магнитооптической рефрактометрии прозрачных сред	83
Милютин В. А., Гервасьева И. В. Использование метода инструментального наноиндентирования для оценки изменения механических свойств сплава Fe-Ga при увеличении содержания галлия	90
Казаков А. Л., Спевак Л. Ф., Нефедова О. А. О численно-аналитических подходах к решению нелинейного уравнения теплопроводности с особенностью	100
Носов А. П., Грибов И. В., Москвина Н. А., Дружинин А. В., Осотов В. И. Тонкопленочные структуры FeGa-FeCoGa/Metglas/LGT для магнитоэлектрических датчиков магнитных полей	117
Перминов Д. А., Дружков А. П., Арбузов В. Л. Позитронные аннигиляционные исследования эволюции микроструктуры деформированных аустенитных железо-никелевых сплавов	126
Путилова Е. А., Задворкин С. М., Горкунов Э. С., Мушников А. Н. Исследование влияния пластического деформирования на механические и магнитные характеристики высокопрочных слоистых материалов, применяемых для работы в арктическом климате	136
Телегин А. В., Сухоруков Ю. П. Магнитопропускание в магнитострикционном кристалле $CoFe_2O_4$ в геометрии фохта	149
Данилов С. Е., Арбузов В. Л. Расслоение твердого раствора инварного сплава Fe-Ni с разными типами стоков точечных дефектов при электронном облучении	157

Пудов В. И., Драгошанский Ю. Н., Дорошек А. С. Эффективность локальных деформационных воздействий на магнитную структуру элементов магнитопровода	165
Артемьев И. А., Краснов М. Л., Русаков Г. М., Данилов С. В. Определение тепловых эффектов сдвиговых фазовых превращений в малоуглеродистых низколегированных сталях при больших скоростях охлаждения.....	173
Петрова П. Н., Гоголева О. В. Разработка триботехнических материалов на основе смесей фторопластов	184
Доронин С. В., Филиппова Ю. Ф. Моделирование многоуровневого процесса накопления повреждений структурно-неоднородного каркаса рефлектора.....	191
Кузнецова Е. И., Дегтярев М. В., Криницина Т. П., Блинова Ю. В. Структура керамики соединения MgB_2 , полученной в условиях квазигидростатического прессования	203
Курилин С. П., Денисов В. Н. Разработка методов топологической диагностики асинхронных электрических машин	214
Теплов В. С., Бессонов В. Д. Микромагнитное моделирование явлений авторезонанса намагниченности в тонких пленках железо-иттриевого граната с наведенной одноосевой анизотропией	222
Валов И. И., Кабанов Ю. П. Исследование силового воздействия на плоскую безграничную преграду при запуске под водой газового генератора	229
Новгородов Д. В., Рыбалко В. Г., Шлеенков А. С., Сурков А. Ю. Исследование аварийного разрушения газопровода	237
Новгородов Д. В., Рыбалко В. Г., Шлеенков А. С. Фактор неустойчивости напряженного состояния и его влияние на рост дефектов коррозионного растрескивания под напряжением	249
Рыбалко В. Г., Новгородов Д. В., Сурков А. Ю. Построение модели взаимодействия продольных трещин в магистральных газопроводах	255

Received: 07.10.2018

Revised: 05.11.2018

Accepted: 07.12.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.008-017

ON THE APPLICABILITY OF ELECTROMAGNETIC TESTING METHODS TO DETECTING DISCONTINUITIES IN STEEL STRUCTURES INTENDED FOR OPERATION IN AGGRESSIVE MEDIA UNDER EXTREME LOADS

S. M. Zadvorkin^{1, a)}, V. P. Shveikin^{1, b)*}, S. T. Kalashnikov², and N. P. Antenorova^{1, c)}

¹*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, 34 Komsomolskaya st., Ekaterinburg, Russian Federation*

²*South-Ural Federal Scientific Center UB RAS*

a)  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207> ;  zadvorkin@imach.uran.ru ;

b)  <https://orcid.org/0000-0002-9316-1369> ;  shveikin60@mail.ru ;

c)  <https://orcid.org/0000-0002-8053-2490>

*Corresponding author. E-mail: shveikin60@mail.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russian Federation

Tel.: +7 (343) 374 25 94

Model specimens in the form of rings made of high-strength corrosion resistance steel (09Kh16N4B-Sh) are tested for corrosion under voltage in order to produce artificial defects in the form of corrosion pits and surface cracks. The specimens served to test the effectiveness of the magnetic particle, ferroprobe and eddy current testing techniques for detecting discontinuities in high-duty products made of the steel under study. The study has shown that magnetic particle testing by the applied field method, the ferroprobe and eddy current techniques offer a reliable detection of defects in the form of regions of pit corrosion and surface cracks on products made of the 09Kh16N4B steel. All the three techniques enable one to locate defects and estimate their sizes.

Keywords: strength, mechanical-thermal treatment, useful life, nondestructive testing, flaw detection, magnetic particle testing, ferroprobe testing, eddy current testing.

Acknowledgment

The equipment of the Plastometriya collective use center affiliated to the IES UB RAS was used in the research.

The work was supported by the Comprehensive Program of UB RAS (Basic Research Targeted at Hi-Tech Scientific and Industrial Enterprises), project No.18-11-1-11 Development of Models of the Degradation of the Functional Properties of Materials for Rocket Equipment Subjected to Long-Term Storage and Operation.

References

1. Gorkunov E.S. *Magnitoporoshkovaya defektoskopiya i magnitnaya strukturoskopiya. Metodicheskie rekomendatsii* [Magnaflux Inspection and Magnetic Structuroscopy: Methodological Guidelines]. Ekaterinburg, UrO RAN Publ., 1999, 140 p. (In Russian).
2. Shelihov G. S. Magnetic particle method – a factor in increasing the reliability of complex technical objects. *Kontrol'. Diagnostika*, 2014, no. 3, pp. 24–29. DOI: 10.14489/td.2014.03.pp.024-029. (In Russian).
3. Gorkunov E.S., Bashkov Yu.F., Durnitsky V.N., Tabachnik V.P. *Magnetizer*, RF Patent 33653 (In Russian).

4. Bakunov A.S., Gorkunov E.S., Shcherbinin V.E. *Magnitnyi control* [Magnetic Testing]. Moscow, Izd. Dom Spektr Publ., 2011, 192 p. (In Russian).
5. Shcherbinin V.E., Kostin V.N., Smorodinskii Ya.G., Nichipuruk A.P., Rinkevich A.B., Shleenkov A.S., Patramanskii B.V., and Loskutov V.E. On necessary measures for ensuring safe operation of pipeline transport using nondestructive testing methods. *Russ. J. Nondestr. Test.*, 2011, no. 12, pp. 842–851.
6. Reutov Yu.Ya., Shcherbinin V.E., Volkov A.V. Possibilities for the selection of magnetic field transducers for nondestructive testing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2014, vol. 50, iss 12, pp. 760–768. DOI: 10.1134/S1061830914120080.

Подана в журнал: 07.10.2018

УДК 620.179.1

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.008-017

О ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ МЕТОДОВ КОНТРОЛЯ ДЛЯ ОБНАРУЖЕНИЯ ДЕФЕКТОВ СПЛОШНОСТИ СТАЛЬНЫХ КОНСТРУКЦИЙ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫХ ДЛЯ ЭКСПЛУАТАЦИИ В АГРЕССИВНЫХ СРЕДАХ ПРИ ЭКСТРЕМАЛЬНЫХ НАГРУЗКАХ

С. М. Задворкин^{а)}, В. П. Швейкин^{б)}, С. Т. Калашников², Н. П. Антенорова^{в)}

¹Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

²Южно-Уральский федеральный научный центр УрО РАН

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207> ;  zadvorkin@imach.uran.ru ;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-9316-1369> ;  shveikin60@mail.ru ;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0002-8053-2490>

*Ответственный автор. Электронная почта: shveikin60@mail.ru

Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, 620049, Екатеринбург, Российская Федерация

Tel.: +7 (343) 374–25–94

Модельные образцы в виде колец из высокопрочной коррозионностойкой стали 09X16H4Б-Ш подвергались испытаниям на коррозию под напряжением с целью получения искусственных дефектов в виде коррозионных язв и поверхностных трещин.

На указанных образцах была проверена эффективность магнитопорошкового, феррозондового и вихретокового методов контроля обнаружения дефектов сплошности в изделиях ответственного назначения из исследованной стали. Проведенные исследования показали, что магнитопорошковая дефектоскопия способом приложенного поля, феррозондовый и вихретоковый методы позволяют надежно выявлять дефекты в виде очагов язвенной коррозии и поверхностных трещин на изделиях из стали 09X16H4Б. Все три метода позволяют определять местоположение дефектов и оценивать их размеры.

Ключевые слова: прочность, механико-термическая обработка, нормативный срок службы, неразрушающий контроль, дефектоскопия, магнитопорошковый контроль, феррозондовый контроль, вихретоковый контроль.

1. Введение

При изготовлении силовых элементов конструкций ответственных и потенциально опасных объектов техники применяются высокопрочные металлические материалы, к которым предъявляются повышенные требования по сохранности физико-механических характеристик, а также отсутствию дефектов сплошности, которые могут возникнуть в конструкции вследствие, например, коррозионных повреждений в течение гарантийных и увеличенных сроков эксплуатации. В связи с этим проблема раннего обнаружения коррозионных дефектов на силовых элементах конструкций ответственного назначения является одной из наиболее актуальных.

Цель настоящей работы – определение возможностей неразрушающих магнитных и электромагнитных методов контроля дефектов сплошности стальных изделий ответственного назначения, предназначенных для эксплуатации в экстремальных условиях.

2. Материал и методы исследования

Объектом исследования служила высокопрочная мартенситная сталь марки 09X16H4Б-Ш, предназначенная для изготовления деталей ответственного назначения. Предел текучести – около 900 МПа, временное сопротивление – около 1200 МПа. Поскольку эта сталь имеет значительную намагниченность насыщения (примерно 13 МА/м), в качестве основных методов неразрушающего контроля дефектов в образцах были выбраны магнитный порошковый, магнитный феррозондовый и вихретоковый методы. Химический состав двух образцов исследованной стали 09X16H4Б-Ш приведен в табл. 1.

Микроструктура исследованной стали представляет мелкоигольчатый мартенсит и остаточный аустенит (рис. 1).

С целью создания дефектов сплошности путем проведения испытаний на коррозию под напряжением изготавливались образцы в виде колец размерами $\varnothing 140 \times 14 \times 14$ мм путем вырезания из реальных изделий. Внешний вид образцов представлен на рис. 2.

На всех кольцах были сделаны радиальные разрезы в виде сектора с центральным углом 5° . В эти разрезы были запрессованы стальные клинья, обеспечивающие на внутренней поверхности этих модельных образцов растягивающих напряжений, близких по величине к пределу текучести материала. Внешний вид образца во время испытания представлен на рис. 3.

Таблица 1 – Химический состав стали 09X16H4Б-Ш

№	Содержание элементов, %							
	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Co
1	0,104	0,466	0,325	0,021	0,0042	15,95	4,22	0,019
2	0,117	0,479	0,307	0,018	0,0051	15,53	3,81	0,026
№	Содержание элементов, %							
	Ti	Nb	V	W	As	Bi	Cu	Fe
1	<0,001	0,106	0,023	0,019	0,0098	<0,0020	0,119	78,5
2	0,0027	0,107	0,029	0,025	0,016	<0,0020	0,109	79,3

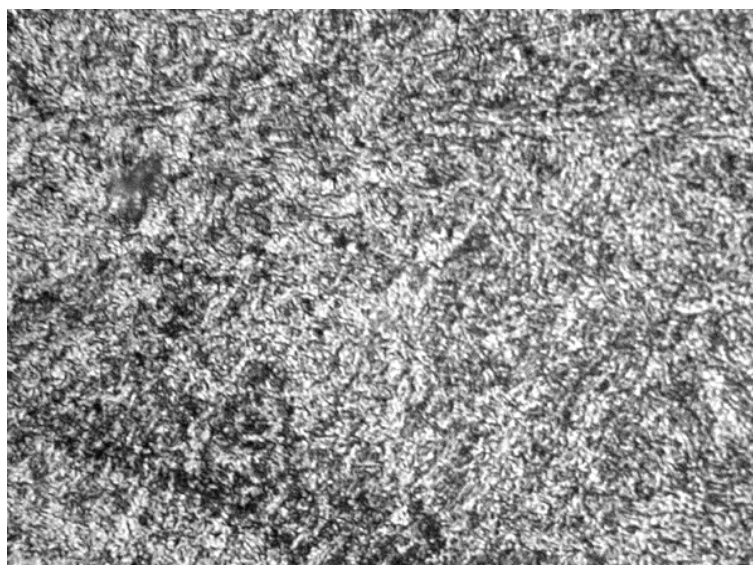


Рис. 1. Микроструктура стали 09X16H4Б-Ш, $\times 1000$



Рис. 2. Внешний вид образцов

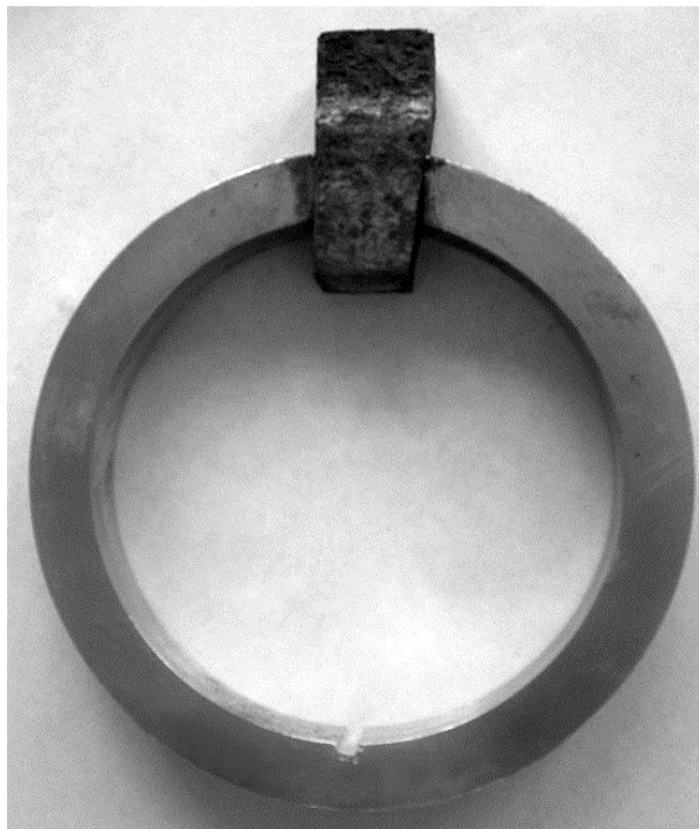


Рис. 3. Внешний вид кольцевого образца, подвергаемого испытанию на коррозию под напряжением

Для испытания на коррозию под напряжением модельные образцы были погружены в 25 %-ный раствор морской соли. После двух суток вылеживания в растворе вблизи наружной цилиндрической поверхности модельного образца появляется дефект в виде участка язвенной коррозии, который увеличивается по мере дальнейшего испытания. Его внешний вид представлен на рис. 4. Для выявления причин коррозии был проведен микроанализ на сканирующем микроскопе «TESCAN». Оказалось, что в зоне язвенной коррозии наблюдается локальное изменение химического состава (большое содержание кислорода, серы, натрия, калия, кальция, магния) по сравнению с расположенным рядом непораженным участком, химический состав которого близок к результатам, приведены в табл. 1.

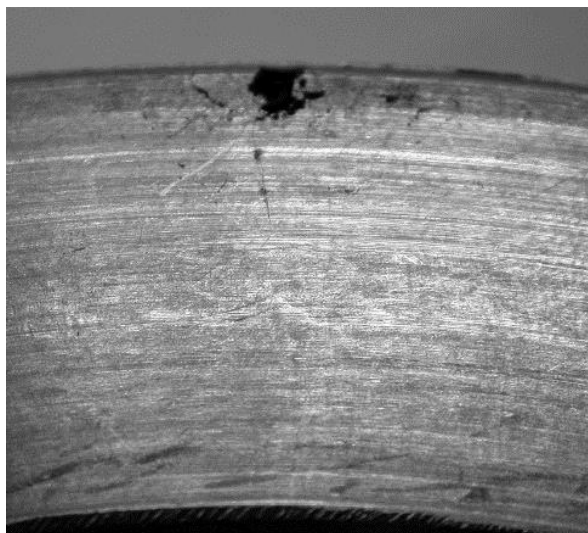


Рис. 4. Язвенная коррозия кольцевого образца из стали 09Х16Н4Б-Ш после вылеживания в 25 %-ном растворе морской соли при комнатной температуре

На внутренней цилиндрической поверхности образцов на 2–3 суток вылеживания в растворе появились множественные вертикальные дефекты типа трещин (рис. 5), которые при дальнейшем вылеживании не имели развития.

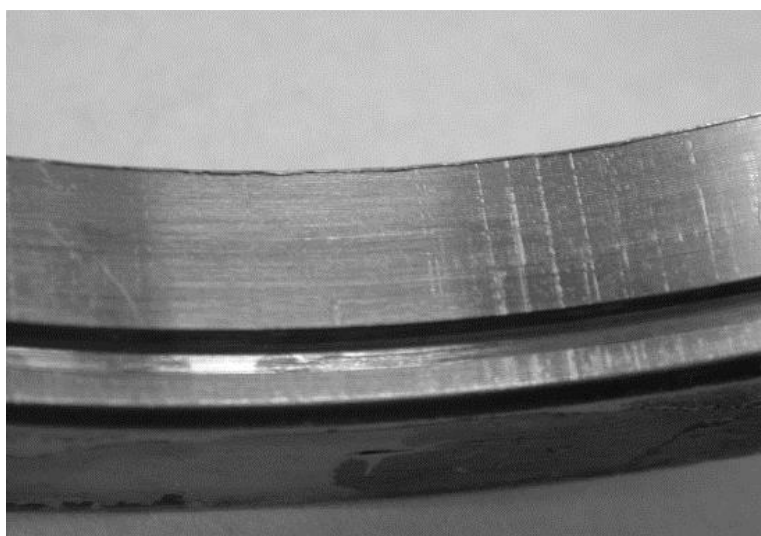


Рис. 5. Дефекты на внутренней поверхности кольцевого образца из стали 09Х16Н4Б-Ш после вылеживания в 25 %-ном растворе морской соли при комнатной температуре в течение 6 мес 12 дней

3. Результаты исследования

3.1. Магнитопорошковая дефектоскопия образцов из стали 09X16H4Б-Ш

После проведения испытаний на коррозию под напряжением модельные образцы были подвергнуты магнитопорошковому контролю способом приложенного поля по ГОСТ 21105-87 «Контроль неразрушающий. Магнитопорошковый метод». Для намагничивания образцов применяли полюсное намагничивание с помощью намагничивающего устройства на высокоэнергетических постоянных магнитах. Это устройство создает в межполюсном зазоре магнитное поле напряженностью более 150 А/см. Измерения, проведенные с помощью магнитного структуроскопа КРМ-Ц показали, что коэрцитивная сила металла составляет примерно 40 А/см. Для обеспечения максимального уровня чувствительности магнитопорошкового контроля материалов с такой коэрцитивной силой необходимо создание магнитного поля напряженностью не менее 45 А/см.

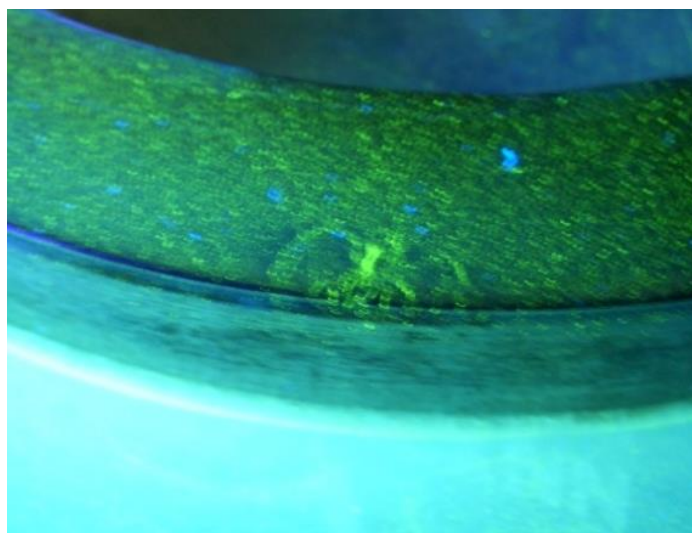


Рис. 6. Участок модельного образца с язвенной коррозией вблизи внешней цилиндрической поверхности после полива флуоресцентной магнитной суспензией. Облучение ультрафиолетовой лампой

Для магнитопорошковой дефектоскопии использовали флуоресцентную магнитную суспензию. После полива суспензией образцы освещали ультрафиолетовой лампой. Фотографии модельных образцов после полива флуоресцентной магнитной суспензией приведены на рис. 6 и 7. На рис. 6 представлена фотография участка модельного образца с язвенной коррозией вблизи внешней цилиндрической поверхности, на рис. 7 – фотография внутренней цилиндрической поверхности модельного образца с дефектами в виде поверхностных трещин. Следует отметить, что применение флуоресцентной магнитной суспензии позволяет получить более четкую дефектограмму, но при этом требуется источник ультрафиолетового излучения.

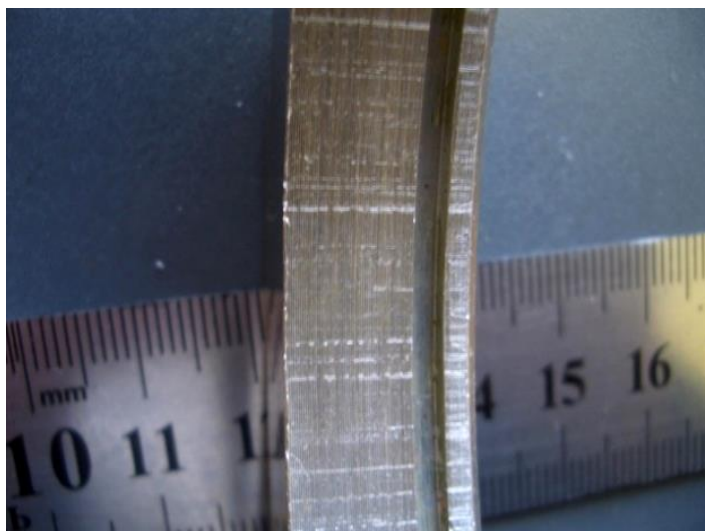


Рис. 7. Участок модельного образца с дефектами в виде поверхностных трещин после полива флюоресцентной магнитной суспензией. Облучение ультрафиолетовой лампой

Из приведенных данных следует, что магнитопорошковая дефектоскопия способом приложенного поля позволяет надежно выявлять дефекты в виде очагов язвенной коррозии и поверхностных трещин на образцах из стали 09X16H4Б-Ш.

3.2. Феррозондовый неразрушающий контроль на примере стали 09X16H4Б-Ш

Феррозондовый метод неразрушающего контроля (ГОСТ 21104-75) основан на выявлении феррозондовым преобразователем магнитного поля рассеяния дефекта в намагниченных изделиях и преобразовании его в электрический сигнал. Таким образом, феррозондовый метод отличается от магнитопорошкового лишь способом регистрации магнитных полей рассеяния в зоне дефекта. Для проверки эффективности феррозондового метода неразрушающего контроля обнаружения и локализации дефектов сплошности было использовано специальное устройство, позволяющее сканировать с постоянной скоростью феррозондовым преобразователем внутреннюю и наружную поверхности кольцевых модельных образцов. Сканирование проводили в наиболее нагруженной части образца, диаметрально расположенной по отношению к распорному клину. Намагничивание образца осуществляли так же, как и в случае магнитопорошковой дефектоскопии, с помощью намагничивающего устройства на высокоэнергетических постоянных магнитах. В экспериментах использовали магнитометр с феррозондовым преобразователем Magnetoskop 1.069.

Полученные результаты представлены на рис. 8. Локальные неоднородности полей рассеяния, отмеченные на рис. 8 цифрами, идентифицируются с визуально видимыми выходами на внутреннюю поверхность образца трещинами 1 и 2 и полуюцилиндрической канавкой 3. Наличие трещин подтверждается результатами магнитопорошкового контроля. Трещина, обозначенная на графике распределения тангенциальной составляющей вектора индукции цифрой 4, не попала в поле зрения объектива при фотосъемке, однако ее наличие тоже зафиксировано при визуальном осмотре, а также по результатам магнитопорошкового контроля.

Следует отметить, что сканирование феррозондовым преобразователем этого участка модельного образца с наружной стороны, более доступной для проведения измерений, тоже выявило наличие неоднородностей распределения магнитных полей рассеяния вблизи указанных выше дефектов.

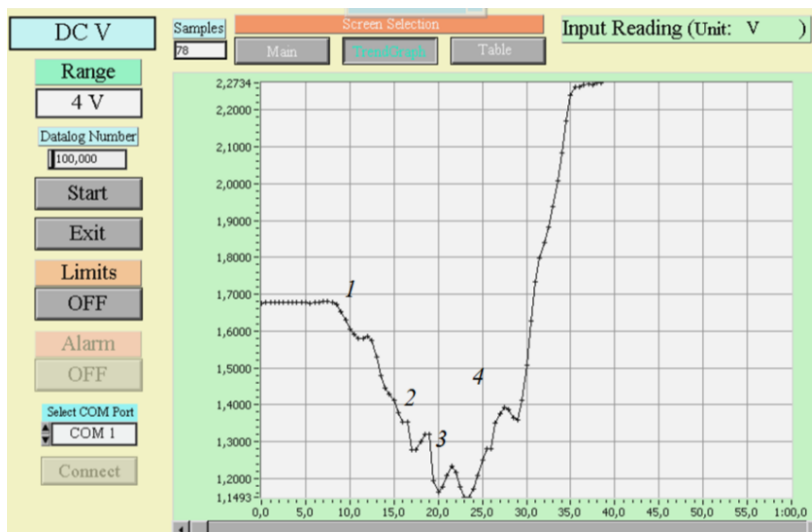


Рис. 8. Результаты измерения тангенциальной составляющей вектора магнитной индукции на поверхности образца после испытаний на коррозию под напряжением

3.3. Вихретоковая дефектоскопия образцов из стали 09X16H4Б-Ш

Был использован вихретоковый дефектоскоп «Вектор», предназначенный для контроля изделий основного производства и технологического оборудования в машиностроении, энергетике, металлургической промышленности, на железнодорожном, авиационном, автомобильном и трубопроводном видах транспорта, оснащенный дифференциальным вихретоковым преобразователем ВТ-4.03.

Для настройки вихретокового дефектоскопа при контроле цилиндрических поверхностей кольцевых образцов из стали 09X16H4Б-Ш использовали бездефектные участки образцов, выявленные с помощью визуального, магнитопорошкового и феррозондового контроля. При установке преобразователя на бездефектный участок кольцевого образца амплитуда сигнала была равна 9 мВ, фаза сигнала – 250°. Вблизи коррозионной язвы и трещин на внутренней стороне.

4. Заключение

Модельные образцы в виде колец из высокопрочной коррозионностойкой стали 09X16H4Б-Ш подвергались испытаниям на коррозию под напряжением с целью получения искусственных дефектов в виде коррозионных язв и поверхностных трещин.

На указанных образцах была проверена эффективность магнитопорошкового, феррозондового и вихретокового методов контроля обнаружения дефектов сплошности в изделиях ответственного назначения из исследованной стали. Проведенные исследования показали, что магнитопорошковая дефектоскопия способом приложенного поля, феррозондовый и вихретоковый методы позволяют надежно выявлять дефекты в виде очагов язвенной коррозии и поверхностных трещин на изделиях из стали 09X16H4Б. Все три метода позволяют определять местоположение дефектов и оценивать их размеры. При этом вследствие высокой чувствительности, простоты реализации, сравнительно невысокой стоимости оборудования и расходных материалов, надежности выявления поверхностных дефектов в деталях любой формы, наглядности результатов испытаний магнитопорошковый метод является предпочтительным. Однако феррозондовый и вихретоковый методы требуют менее тщательной подготовки поверхности объекта к контролю и позволяют обнаруживать дефекты на большей глубине залегания.

Благодарность

При исследованиях использовано оборудование ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН.

Работа выполнена при поддержке Проекта № 18-11-1-11 «Разработка моделей деградации функциональных свойств материалов для ракетной техники при длительных сроках хранения и эксплуатации» Комплексной программы УрО РАН: «Фундаментальные исследования, ориентированные на высокотехнологические научно-производственные предприятия».

Литература

1. Горкунов Э. С. Магнитопорошковая дефектоскопия и магнитная структуроскопия. Методические рекомендации. – Екатеринбург : Изд. УрО РАН, 1999. – 140 с.
2. Шелихов Г. С. Магнитопорошковый метод – фактор повышения надежности сложных технических объектов // Контроль. Диагностика. – 2014. – № 3. – С. 24–29.
3. Намагничивающее устройство: пат. 33653 Рос. Федерация / Горкунов Э. С., Башков Ю. Ф., Дурницкий В. Н., Табачник В. П., ИМАШ УрО РАН. – № 2003116730/20 ; заявл. 05.06.2003 ; опубл. 27.10.2003. – 2 с.
4. Бакунов А. С., Горкунов Э. С., Щербинин В.Е. Магнитный контроль. – М. : Изд. дом «Спектр», 2011. – 192 с.
5. On necessary measures for ensuring safe operation of pipeline transport using nondestructive testing methods / V. E. Shcherbinin, V. N. Kostin, Ya. G. Smorodinskii, A. P. Nichipuruk, A. B. Rinkevich, A. S. Shleenkov, B. V. Patramanskii, V. Loskutov // Russ. J. Nondestr. Test. – 2011. – No. 12. – P. 842–851.
6. Reutov Yu. Ya., Shcherbinin V. E., Volkov A. V. Possibilities for the selection of magnetic field transducers for nondestructive testing // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2014. – Vol. 50, iss 12. – P. 760–768. – DOI: 10.1134/S1061830914120080.

Received: 20.11.2018

Revised: 30.11.2018

Accepted: 14.12.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.018-026

MECHANICAL ALLOYING AND FRACTURE FEATURES OF NON-EQUILIBRIUM Cu-Co ALLOYS

T. P. Tolmachev^{1, a)}, V. P. Pilyugin^{1, b)*}, A. M. Patselov^{1, c)},
A. I. Ancharov^{2, 3, d)}, and A. V. Inozemtsev^{1, e)}

¹M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy St.,
Ekaterinburg, 620108, Russian Federation

²Institute of Solid State Chemistry and Mechanochemistry of the Siberian Branch of the RAS, 18 Kutateladze St.,
Novosibirsk, 630128, Russian Federation

³Novosibirsk State University, 1 Pirogova St., Novosibirsk, 630090, Russian Federation

a)  <https://orcid.org/0000-0001-9073-4507>  tolmachev@imp.uran.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0002-5150-6605>  pilyugin@imp.uran.ru;

c)  <https://orcid.org/0000-0001-6438-0725>  patselov@imp.uran.ru;

d)  <https://orcid.org/0000-0003-2258-437X>  ancharov@mail.ru;

e)  <https://orcid.org/0000-0002-1737-6050>  avinz@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: pilyugin@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russian Federation

Tel.: +7 (343) 378 38 05; fax: +7 (343) 374 52 44

The paper studies the structural, phase and fractographic features of mechanically synthesized non-equilibrium Cu-Co alloys characterized by limited solubility. The components are taken in three different proportions. Mechanical alloying was carried out by high-pressure torsion related to severe plastic deformation methods. As a result of mechanical alloying, the investigated system of components initially insoluble below 800 °C, according to the equilibrium phase diagram, undergoes structural and phase changes consisting in the formation of non-equilibrium solid solutions. With an increase in the proportion of cobalt in the original mixture, the proportion of this element in the solid solution increases after mechanical alloying. This, in turn, affects the appearance of the fracture surface; namely, it changes from brittle-ductile fracture first to brittle fracture and then to mixed one, corresponding to an earlier stage of deformation-induced mechanical alloying.

Keywords: mechanical alloying, high-pressure torsion, non-equilibrium solid solution, Cu-Co system, fractography, X-ray diffraction analysis.

Acknowledgment

The research was performed within UB RAS Project No. 18-10-2-24.

References

1. Lyakishev N.P., ed. Diagrammy sostoyaniya dvoynykh metallicheskih sistem [State Diagrams for Double Metal Systems: Reference book]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1997, 1024 p. (In Russian).
2. Miedema A.R., De Chatel P.F., De Boer F.R. Cohesion in alloys – fundamentals of a semi-empirical model. *Physica B*, 1980, vol. 100, pp. 1–28. DOI: 10.1016/0378-4363(80)90054-6.
3. Barabash O.M., Koval Yu.N. Struktura i svoystva metallov i splavov [Structure and Properties of Metals and Alloys]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1986, 599 p. (In Russian).

4. Tolmachev T.P., Pilyugin V.P., Ancharov A.I., Chernyshov E.G., Patselov A.M. The Formation, Structure, and Properties of the Au–Co Alloys Produced by Severe Plastic Deformation under Pressure. *Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 2, pp. 135–142. DOI: 10.1134/S0031918X16020125.
5. Starenchenko V.A., Cherepanov D.N., Solov'eva Yu.V., Popov L.E. Generation and accumulation of point defects in fcc single crystals upon plastic strain. *Russ. Phys. J.*, 2009, vol. 52, no. 4, pp. 398–410. DOI: 10.1007/s11182-009-9237-0.
6. Gapontsev V.L., Kondrat'ev V.V. Diffusion phase transformations in nanocrystalline alloys under severe plastic deformation. *Dokl. Phys.*, 2002, vol. 47, no. 8, pp. 576–579. DOI: 10.1134/1.1505513.
7. Farber V.M. Contribution of diffusion processes to structure formation in intense cold plastic deformation of metals. *Metal Sci. Heat Treat.*, 2002, vol. 44, no. 7–8, pp. 317–323. DOI: 10.1023/A:1021216122980.
8. Hirth J.P., Lothe J. *Theory of Dislocations*, New York, McGraw Hill, 1968, 780 p.
9. Shtremel' M.A. Participation of diffusion in the processes of mechanical alloying. *Metal Sci. Heat Treat.*, 2002, vol. 44, no. 7–8, pp. 324–327. DOI: 10.1023/A:1021268107050.
10. Oberdorfer B., Setman D., Steyskal E., Hohenwarter A., Sprengel W., Zehetbauer M., Pippan R., Wurschum R. Grain boundary excess volume and defect annealing of copper after high pressure torsion. *Acta Mater.*, 2014, vol. 68, pp. 189–195. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.12.036.
11. Popov V.V., Sergeev A.V., Arkhipova N.K., Istomina A.Yu. Determination of the parameters of grain-boundary diffusion and segregation of Co in W using an improved model of grain-boundary diffusion. *Phys. Met. Metallogr.*, 2011, vol. 112, pp. 256–266. DOI: 10.1134/S0031918X11030252.
12. Christian J. *The Theory of Transformations in Metals and Alloys. Part 1. Equilibrium and General Kinetic Theory*, Oxford, Pergamon, 1975, 586 p.
13. Andrievskii R.A., Glezer A.M. Strength of nanostructures. *Phys. Usp.*, 2009, vol. 52, no. 4, pp. 315–334. DOI: 10.3367/UFNe.0179.200904a.0337.
14. Andrievskii R.A., Glezer A.M. Size effects in nanocrystalline materials. II. Mechanical and physical properties. *Phys. Met. Metallogr.*, 2000, vol. 89, pp. 83–102.
15. Pilyugin V.P., Gapontseva T.M., Chashchukhina T.I., Voronova L.M., Shchinova L.I., Degtyarev M.V. Evolution of the structure and hardness of nickel upon cold and low-temperature deformation under pressure. *Phys. Met. Metallogr.*, 2008, vol. 105, pp. 409–418. DOI: 10.1134/S0031918X08040157.

Подана в журнал: 20.11.2018
УДК 669.35+669.25:539.89
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.018-026

МЕХАНИЧЕСКОЕ СПЛАВЛЕНИЕ И ОСОБЕННОСТИ РАЗРУШЕНИЯ НЕРАВНОВЕСНЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Cu-Co

Т. П. Толмачев^{1, а)}, В. П. Пилюгин^{1, б)*}, А. М. Пацелов^{1, в)},
А. И. Анчаров^{2, 3, г)}, А. В. Иноземцев^{1, д)}

¹Институт физики металлов им. М.Н.Михеева УрО РАН,
620108, ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, Российская Федерация

²Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН,
630128, ул. Кутателадзе, 18, г. Новосибирск, Российская Федерация

³Новосибирский государственный университет,
630090, ул. Пирогова, 1, Новосибирск, Российская Федерация

- а)  0000-0001-9073-4507  tolmachev@imp.uran.ru;
б)  0000-0002-5150-6605  pilyugin@imp.uran.ru;
в)  0000-0001-6438-0725  patselov@imp.uran.ru;
г)  0000-0003-2258-437X  ancharov@mail.ru;
д)  0000-0002-1737-6050  avinz@imp.uran.ru

* Ответственный автор. Электронная почта: pilyugin@imp.uran.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620108, г. Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 378–38–05; факс: +7 (343) 374–52–44

В работе изучаются структурно-фазовые и фрактографические особенности механически синтезированных неравновесных сплавов системы с ограниченной растворимостью Cu-Co, компоненты которой брали в трех различных пропорциях. Механическое сплавление осуществляли методом интенсивной пластической деформации – кручением под высоким давлением. В результате механосплавления исследуемая система исходных отдельных нерастворимых ниже 800 °С компонентов, согласно равновесной фазовой диаграмме, испытывает структурно-фазовые изменения, которые заключаются в формировании неравновесных твердых растворов. С увеличением доли кобальта в шихте доля его в твердом растворе после механосплавления увеличивается. Это в свою очередь влияет на вид поверхности разрушения, когда от хрупко-вязкого излома происходит переход сначала к хрупкому сколу, а затем к смешанному, соответствующему более ранней стадии деформационно-индуцированного механического сплавления.

Ключевые слова: механическое сплавление, кручение под высоким давлением, система Cu-Co, неравновесный твердый раствор, фрактография, рентгеновская дифрактометрия.

1. Введение

Система Cu-Co имеет ограниченную растворимость компонентов. Так при температуре 800 °С растворимость со стороны кобальта не более 3 ат. %, а со стороны меди не более 1,5 ат. % (рис. 1). Ограниченность взаимной растворимости данной системы объяснить нарушением правила Юм-Розери, разница ионных радиусов меди и кобальта составляет более 15 %. [1, 2]. Имеется интерес определения условий формирования, исследование структуры и механических свойств сплавов Cu-Co в концентрациях, существенно превышающих равновесное состояние как основы создания реметаллических присадок. Используемые для синтеза неравновесных сплавов методы интенсивного воздействия, такие как быстрая закалка, шаровой помол, взрывная обработка и др., позволяют получать материал в дисперсном

виде, что затрудняет измерения механических свойств, в плане пластичности, твердости и характера разрушения.

Для решения задачи целесообразно получать образцы в цельном виде при контролируемых температурно-скоростных и по величине деформации условиях, что достигается в методе сдвига в камере Бриджмена под высоким давлением, или, иначе, кручения под высоким давлением (КВД) [3].

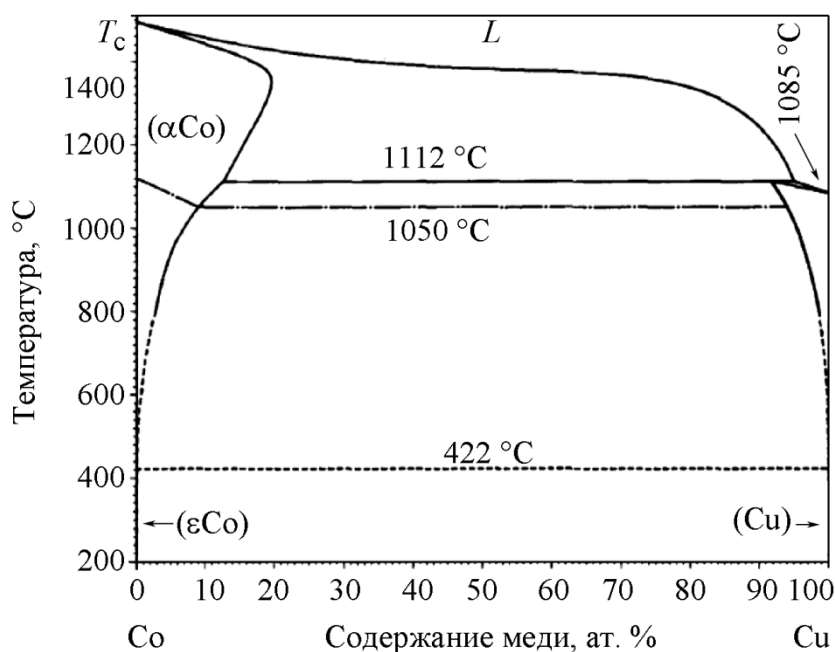


Рис. 1. Равновесная фазовая диаграмма системы Cu-Co [1]

Таким образом, основные цели исследования – определение условий и выявление особенностей механического сплавления исходно порошковых компонентов Co и Cu различных составов, кинетики процессов механического сплавления и изучение микроструктуры полученных сплавов и видов их разрушения.

2. Материал и методика

Процедура обработки материалов для механического сплавления (МС) заключалась в следующем. Исходные компоненты в виде порошковых смесей помещались между наковален Бриджмена, представляющих собой усеченные конусы и состоящие из сверхтвердого сплава ВК-6. Диаметр рабочих площадок наковален составлял 5 мм, давление обработки – около 8 ГПа, температура – соответствующая комнатной, около 293 К, скорость вращения одной наковальни относительно другой – 1 об./мин. Деформацию всех составов смесей производили на 5 оборотов наковальни.

Компоненты исследуемой системы брали в трех различных соотношениях: с преимущественным содержанием меди (80 ат. % Cu и 20 ат. % Co), эквиатомный состав (50 ат. % Cu и 50 ат. % Co) и состав с преимущественным содержанием кобальта (20 ат. % Cu и 80 ат. % Co). Размеры частиц порошковых компонентов составлял не более 100 мкм, рис. 2.

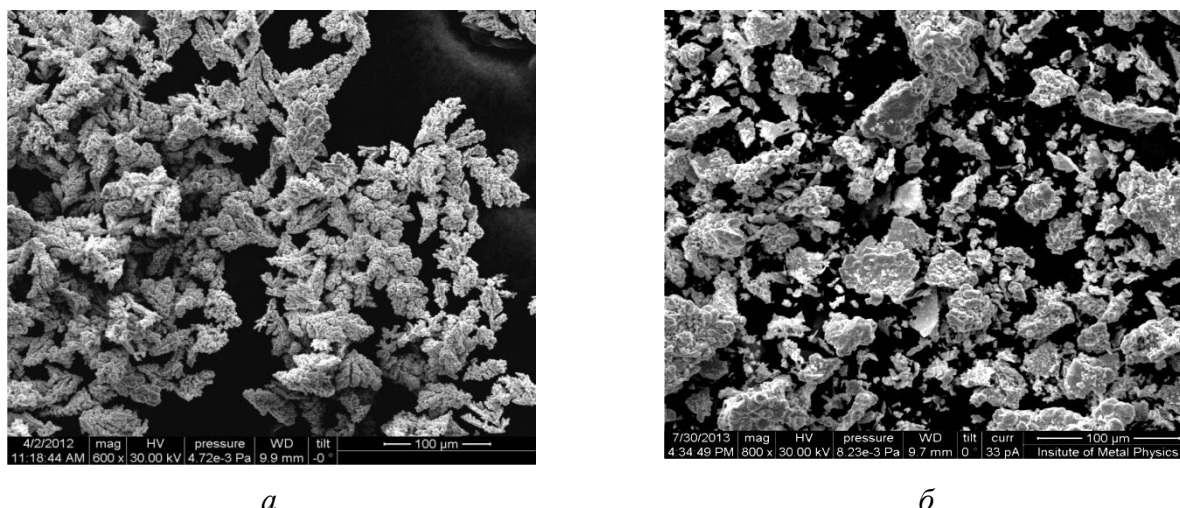


Рис. 2. Исходное состояние сплавляемых компонентов системы Cu-Co в сканирующем электронном микроскопе: *а* – медь; *б* – кобальт

Сплавы в результате КВД имели форму линзообразных дисковых образцов диаметром 5 мм и толщиной в центре диска 100 мкм и до 30 мкм на краях, что обеспечивало возможность проведения изучения микроструктуры их изломов, химического состава и выполнения рентгеновской дифрактометрии. Структурные и фазовые изменения с ростом деформации изучали с помощью рентгеновской дифрактометрии на аппарате ДРОН-3 в $\text{CuK}\alpha$ -излучении (0,154 нм) в геометрии на отражение со всей поверхности образца в диапазоне углов дифракции 2θ от 40 до 100°. Расчет периода кристаллической решетки фазы с ГЦК-структурой проводили по 2–3 последним линиям, которые располагаются в области углов более 60°. Для изучения поверхности разрушения образцов производили их излом методом изгиба в среде жидкого азота. Изображения поверхностей излома получали в сканирующем электронном микроскопе Quanta 200 на расстоянии половины радиуса образца с охватом в 50 мкм в обе стороны с увеличением в 2000 раз.

3. Результаты и обсуждение

Рентгеновские дифрактограммы от образцов системы Cu-Co трех составов, полученных КВД на 5 оборотов наковален, приведены в узком диапазоне углов 2θ (рис. 3). Вместе с дифракционными спектрами приведен также спектр, который соответствует смеси меди и кобальта до деформации, взятой в эквиатомной пропорции. Кроме того, приведены литературные данные по расположению рефлексов меди и кобальта для отождествления фазового состава системы, как до деформации, так и после нее. Некоторое смещение пиков обусловлено высокой дисперсностью порошков компонентов, а также вероятным наличием примесей типа оксидной пленки и (или) обусловлены методикой получения.

Специфической особенностью I-2 θ дифрактограмм механосинтезированных образцов (рис. 3; 2, 3 и 4) является резкое снижение интенсивности вторых и последующих пиков, сильный рост уширений пиков по мере роста концентраций кобальта в исходной шихте полученных образцов в последовательности составов Cu₈₀Co₂₀, Cu₅₀Co₅₀, Cu₂₀Co₈₀. Этот эффект можно объяснить разницей ионных радиусов меди и кобальта. Ионный радиус меди на 15,8 % превышает ионный радиус кобальта. Таким образом, увеличение кобальта в шихте вызывает уменьшение размеров областей когерентного рассеяния и увеличение внутренних напряжений.

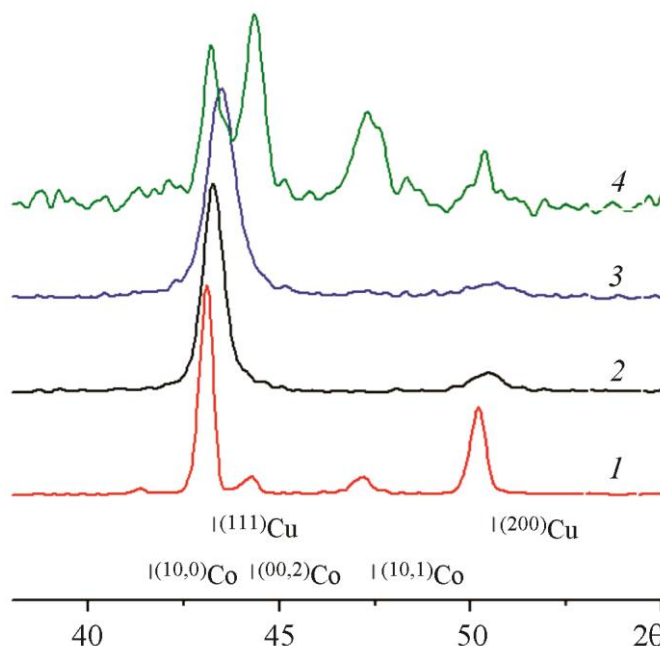


Рис. 3. Рентгеновские дифрактограммы компонентов системы Cu и Co в порошковом состоянии и после механосплавления: 1 – Недеформированная смесь состава 50:50; 2 – после МС состава 80:20; 3 – 50:50; 4 – 20:80

Для первых двух составов (рис. 3; 2 и 3) КВД привело к почти полному исчезновению ряда пиков кобальта, что связано с деформационно индуцированным формированием твердого раствора замещения кобальта в матрице меди.

В результате увеличения доли кобальта в шихте, интенсивность рефлексов от фазы на основе меди снижается по сравнению с рефлексам от фазы на основе кобальта, при этом интенсивность всех пиков низкая и близка к фону (рис. 3; 3 и 4). Кроме того, по спектрам заметно, что положение пиков, связанных с фазой на основе меди, претерпевает изменение, при этом с увеличением содержания кобальта в исходной смеси от 20 до 50 ат. % происходит смещение пиков меди в сторону больших углов.

Известно, что в данной системе постепенное растворение кобальта в матрице меди будет приводить к уменьшению периода кристаллической решетки твердого раствора [3], что будет отвечать смещению пиков от фазы на основе меди в сторону больших углов дифракции. В табл. 1 приведены значения периодов неравновесных твердых растворов на основе меди, рассчитанных по дифрактограммам (рис. 3). В случае исходного состава Cu80Co20 ат. % с преимущественной долей меди период решетки твердого раствора весьма близок к периоду решетки чистой меди. С увеличением доли кобальта в шихте значение периода решетки снижается, свидетельствуя о постепенном растворении кобальта в матрице меди. При этом преодолевается пороговое значение в 3,607 Å, которое соответствует максимально возможной растворимости в 8 ат. % Co при 1110° С на равновесной фазовой диаграмме Cu-Co [3].

Таблица 1 – Значения периодов кристаллической решетки меди в исходном состоянии

Поворот наковальни	Cu80Co20, ат. %	Cu50Co50, ат. %	Cu20Co80, ат. %
	a_{cp} (ГЦК), Å	a_{cp} (ГЦК), Å	a_{cp} (ГЦК), Å
Исходное состояние	3,620	3,625	3,623
$n = 5$	3,617	3,598	3,587

Изломы образцов таких сплавов, приведенные на рис. 2, показывают изменения типа излома при изменении доли кобальта в составе исходной смеси. На рис. 2 *а* выявляются два типа поверхности разрушения: приповерхностные области и центральная область, ограниченная приповерхностными. Области, более близкие к наковальням, в процессе обработки испытывали значительно большую деформационную проработку структуры, вследствие чего образовался сплошной, ровный излом по типу хрупкого скола. В то же время в центральной области на рис. 4 *а* имеются участки, которые подверглись меньшей деформационной обработке.

Промежуточный случай излома от образца эквиатомного состава отличается от двух предыдущих однородным типом поверхности разрушения, аналогичным излому боковых приповерхностных участков. По данным рентгеновской дифрактометрии эквиатомного состава, 50:50 смещение пика фазы твердого раствора на основе меди значительно больше, чем в случае 80:20. Таким образом, в данном случае сформировался твердый раствор с большим содержанием кобальта, по положению пиков на дифрактограмме 3 и значению периода кристаллической решетки, и однородным типом излома [5].

При дальнейшем увеличении доли кобальта в шихте поверхность излома образцов весьма неоднородна и отвечает более ранним стадиям деформационных превращений, которые соответствуют формированию слоистых структур из компонентов. На нем как визуально, так и по анализу характеристического излучения можно определить частицы недорастворившегося чистого кобальта и образовавшегося твердого раствора (рис. 4 *в*).

Таким образом, в зависимости от пропорции меди и кобальта в шихте изменяется тип излома механосинтезированного сплава: хрупко-вязкий (рис. 4 *а*) в случае состава 80:20), хрупкий по типу скола, однородный и равномерный по рельефу поверхности и смешанного типа в случае пропорции меди и кобальта 20:80 в ат. %.

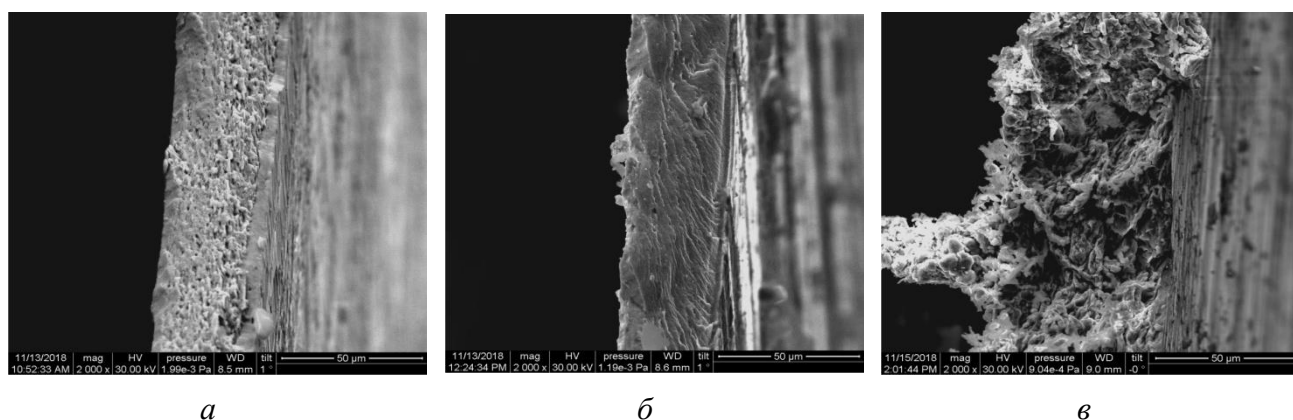


Рис. 4. Изображения изломов сплавов системы Cu-Co, полученные в СЭМ, на середине радиусов образцов состава: *а* – 80:20; *б* – 50:50; *в* – 20:80

Увеличение содержания кобальта в исходной шихте приводит к замедлению механического сплавообразования по причине необходимости деформационного измельчения частиц кобальта, а также перемешивания на кластерном уровне его частиц с частицами меди на ранних стадиях деформационной обработки; а на более поздних этапах, связанных непосредственно с процессом механического растворения, – по причине замещения атомами меди атомов кобальта в его кристаллической решетке, в силу большего размера атомов меди по сравнению с атомами кобальта.

Деформация порошковых смесей Cu-Co вызывает протекание ряда взаимосвязанных процессов на различных масштабных уровнях, способствующих смешиванию атомов исходных компонентов, и тем самым приводит к формированию твердых растворов. В числе их:

- активная генерация неравновесных точечных дефектов [5, 6];
- диффузия по дислокационным трубкам [7];

- захват и перенос атомов движущимися дислокациями [8];
- увеличение площади контактов компонент на несколько порядков при их взаимном пластическом утонении до субмикронного уровня [9, 10];
- зернограницная (межкристаллитная) диффузия [11];
- стресс диффузия (восходящая или диффузия под напряжением) [12];
- высокая (до 25–30 %) доля межкристаллитного пространства (субграницы, границы нанозерен (нанокристаллитов), тройные стыки, четвертные стыки), как следствие деформационной фрагментации [13–15].

Совокупность порождаемых деформацией перечисленных процессов и дефектов частично определяет механизмы образования твердых растворов.

4. Заключение

Методом КВД проведено механическое сплавление порошков меди и кобальта в концентрациях существенно превышающих концентрацию равновесных твердых растворов. Сплавы имеют высокодефектную ГЦК-структуру неравновесного твердого раствора на основе меди с высоким уровнем остаточных напряжений и областей когерентного рассеяния малых размеров.

В зависимости от пропорции меди и кобальта в шихте изменяется тип излома механически синтезированного сплава: хрупко-вязкий (в случае соотношения меди и кобальта 80:20), хрупкий по типу скола, однородный и равномерный по рельефу поверхности (в случае эквиатного соотношения) и неоднородного типа, характеризующий незавершенность процессов механосплавления (в случае пропорции меди и кобальта 20:80), ат. %.

При выбранных условиях обработки (идентичных для всех составов) механически синтезированный сплав состава с Cu 20 ат. % и Co 80 ат. % нельзя считать однородным материалом. Для достижения его однородности требуется интенсификация КВД-обработки в сторону повышения величины деформации и (или) снижение гомологической температуры деформации [4].

Благодарность

Исследование выполнено за счет проекта УрО РАН № 18-10-2-24.

Литература

1. Диаграммы состояния двойных металлических систем : справочник в 3 т. / под общ. ред. Н. П. Лякишева. – М. : Машиностроение, 1997. – 1024 с.
2. Miedema A. R., De Chatel P. F., De Boer F. R. Cohesion in alloys - fundamentals of a semi-empirical model // Physica B. – 1980. – Vol. 100. – P. 1–28. – DOI: 10.1016/0378-4363(80)90054-6.
3. Барабаш О. М., Коваль Ю. Н. Структура и свойства металлов и сплавов. – Киев : Наукова думка, 1986. – 599 с.
4. Образование, структура и свойства сплавов системы Au–Co, полученных интенсивной пластической деформацией под давлением / Т. П. Толмачев, В. П. Пилюгин, А. И. Анчаров, Е. Г. Чернышев, А. М. Пацелов // Физика металлов и металловедение. – 2016. – № 2 (117). – С. 155–163. – DOI: 10.7868/S0015323016020121.
5. Генерация и накопление точечных дефектов в процессе пластической деформации в монокристаллах с ГЦК-структурой / В. А. Старенченко, Д. Н. Черепанов, Ю. В. Соловьева, Л. Е. Попов // Известия высших учебных заведений. Физика. – 2009. – № 4. – С. 60–71.
6. Гапонцев В. Л., Кондратьев В. В. Диффузионные фазовые превращения в нанокристаллических сплавах при интенсивной пластической деформации // Доклады Академии наук. – 2002. – Т. 385, № 5. – С. 608–611.

7. Фарбер В. М. Вклад диффузионных процессов в структурообразовании при интенсивной холодной пластической деформации металлов // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2002. – № 8. – С. 3–9.
8. Хирт Дж., Лоте И. Теория дислокаций / пер. с англ. под ред. Э. М. Надгорного, Ю. А. Осипьяна. – М. : Атомиздат, 1972. – 600 с.
9. Штремель М. А. Об участии диффузии в процессах механического легирования // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2002. – № 8. – С. 10–12.
10. Grain boundary excess volume and defect annealing of copper after high pressure torsion / B. Oberdorfer, D. Setman, E. Steyskal, A. Hohenwarter, W. Sprengel, M. Zehetbauer, R. Pippan, R. Wurschum // *Acta Mater.* – 2014. – Vol. 68. – P. 189–195. – DOI: 10.1016/j.actamat.2013.12.036.
11. Определение параметров зернограницной диффузии и сегрегации Co в W с использованием уточненной модели зернограницной диффузии / В. В. Попов, А. В. Сергеев, Н. К. Архипова, А. Ю. Истомина. // *Физика металлов и металловедение*. – 2011. – № 3 (112). – С. 273–284.
12. Кристиан Дж. Теория превращения в металлах и сплавах. Ч. 1 : Термодинамика и общая кинетическая теория. – М. : Мир, 1978. – 806 с.
13. Андриевский Р. А., Глезер А. М. Прочность наноструктур // *Успехи физических наук*. – 2009. – Т. 179, № 4. – С. 337–358. – DOI: 10.3367/UFNr.0179.200904a.0337.
14. Андриевский Р. А., Глезер А. М. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах: II. Механические и физические свойства // *Физика металлов и металловедение*. – 2000. – Т. 89, № 1. – С. 91–112.
15. Эволюция структуры и твердости никеля при холодной и низкотемпературной деформации под давлением / В. П. Пилюгин, Т. М. Гапонцева, Т. И. Чашухина, Л. М. Воронова, Л. И. Щинова, М. В. Дегтярев // *Физика металлов и металловедение*. – 2008. – № 4 (105). – С. 1–11.

Received: 26.09.2018

Revised: 18.10.2018

Accepted: 02.11.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.027-036

STYDYING THE INFLUENCE OF THE NATURE OF THE FILLER ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF THE DER-330 EPOXY RESIN

T. A. Brusentseva^{1, a)*}, E. O. Smirnova^{2, b)}, and I. A. Veretennikova^{2, c)}

¹S. A. Khristianovich Institute of Theoretical and Applied Mechanics,
Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, 4/1 Institutskaya St., Novosibirsk, 630090, Russian Federation

²Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russian Federation

a)  <https://orcid.org/0000-0002-7235-9763>  Brusentseva@itam.nsc.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0002-3954-2873>  evgeniya@imach.uran.ru;

c)  <https://orcid.org/0000-0002-8371-7546>  irincha@imach.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: Brusentseva@itam.nsc.ru

Address for correspondence: ul. Institutskaya, 4/1, Novosibirsk, 630090, Russian Federation
Tel.: +7 (383) 330 42 75

The purpose of this paper is to investigate the effect of the nature of various fillers on the mechanical properties of the DER-330 epoxy resin. The A-380 and A-200 hydrophilic silica powders, alumina-based powders in the form of spherical particles and nanofibers, and aluminum nitride powder are used as fillers. The mass content of nanoadditives in the matrix ranges from 0 to 4 %. In the first series of experiments, the influence of the nature of the filler on the mechanical properties of the DER-330 epoxy resin under conditions of three-point bending is investigated. In the second part of the study, the influence of the nature of the filler on the hardness and the normal modulus of elasticity is investigated by the microindentation method. It has been experimentally established that the investigated solid nanopowders reinforce the epoxy resin provided that they are nanosized, effectively dispersed and uniformly distributed in the matrix. In addition, for each filler, there is an optimal content enabling the material to exhibits maximum strength characteristics.

Keywords: epoxy resin, nanofiller, modulus of elasticity, stress at failure, microindentation.

Acknowledgment

The work was performed within state assignment No. AAAA-A17-117030610134-9 (specimen preparation and experimenting under conditions of three-pint bending) and supported by RFBR grant No. 16-08-01154 A (indentation experiments).

References

1. Kickelbick G. Concepts for the incorporation of inorganic building blocks into organic polymers on a nanoscale. *Progress in Polymer Science*, 2003, vol. 28, iss. 1, pp. 83–114. DOI: 10.1016/S0079-6700(02)00019-9.
2. Rahman A., Ali I., Al Zahrani S.M., Eleithy R.H. A review of the applications of nanocarbon polymer composites. *Nano*, 2011, vol. 06, no. 03, pp 185–203. DOI: 10.1142/S179329201100255X.
3. Hashin Z. The elastic module of heterogeneous materials. *J. Appl. Mech.*, 1962, vol. 29, pp. 143–150.
4. Ishai O., Cohen L.J. Strain-rate dependence of the elastic modulus of filled and porous epoxy composites. *Int. J. Mech. Sci.*, 1967, vol. 9, iss. 9, pp. 605–608. DOI: 10.1016/0020-7403(67)90065-3.

5. Paul B. Prediction of elastic constants of multiphase materials. *Trans. AIME*, 1960, vol. 218, pp. 36–41.
6. Omrani A., Rostami A.A. Understanding the effect of nano-Al₂O₃ addition upon the properties of epoxy-based hybrid composites. *Materials Science and Engineering A*, 2009, vol. 517, iss. 1–2, pp. 185–190. DOI: 10.1016/j.msea.2009.03.076.
7. Chen C.H., Jian J.Y., Yen F.S. Preparation and characterization of epoxy/ γ -aluminum oxide nanocomposites. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 40, no. 4, pp. 463–468. DOI: 10.1016/j.compositesa.2009.01.010.
8. Al-Turaif Hamad A. Effect of nano TiO₂ particle size on mechanical properties of cured epoxy resin. *Progress in Organic Coatings*, 2010, vol. 69, no. 3, pp. 241–246. DOI: 10.1016/j.porgcoat.2010.05.011.
9. Adachi T., Osaki M., Araki W., Kwon S-C. Fracture toughness of nano- and micro-spherical silica-particle-filled epoxy composites. *Acta Materialia*, 2008, vol. 56, no. 9, pp. 2101–2109. DOI: 10.1016/j.actamat.2008.01.002.
10. Li H., Zhang Z., Ma X., Hu M., Wang X., Fan P. Synthesis and characterization of epoxy resin modified with nano-SiO₂ and γ -glycidoxypyrroltrimethoxy silane. *Surf. Coat. Tech.*, 2007, no. 201, pp. 5269 – 5272. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2006.07.143.
11. Hsieh T.H., Kinloch A.J., Masania K., Sohn L.J., Taylor A.C. The toughness of epoxy polymers and fibre composites modified with rubber microparticles and silica nanoparticles. *J. Mater. Sci.*, 2010, vol. 45, pp. 1193–1210. DOI: 10.1007/s10853-009-4064-9.
12. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hard-ness and elastic modulus using load–displacement sensing indentation experiments. *Mater. Res.*, 1992, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
13. Brusentseva T.A., Filippov A.A., Fomin V.M., Malykhin E.V., Vaganova T.A. Influence of the nanosized filler nature on the mechanical properties of epoxy-anhydride polymer composites. *Nanotechnologies in Russia*, 2014, vol. 9, iss. 11–12, pp 638–644. DOI: 10.1134/S1995078014060068.
14. Lipatov Yu.S. *Fiziko-khimicheskie osnovy napolneniya polimerov* [Physico-Chemical Bases of Polymer Filling]. Moscow, Khimiya Publ., 1991. (In Russian).
15. Suvorov A.L., Dul'tseva L.D., Ovchinnikova G.I., Khrustaleva E.A., Ostanina N.Yu., Abramova V.I. Preparation and Properties of Polymers Derived from Epoxy Resins and Oligochelatotitanophenylenesiloxanes. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 2003, vol. 76, no. 11, pp. 1844–1849. DOI: 10.1023/B:RJAC.0000018697.76047.67.
16. Hoebbel D., Nacken M., Schidt H. On the influence of metal alkoxides on the epoxide ring-opening and condensation reactions of 3-glycidoxypyrroltrimethoxysilane. *J. Sol-Gel Sci. Technol.*, 2001, vol. 21, no. 3, pp. 178–187. DOI: 10.1023/A:1011274301896.

Подана в журнал: 26.09.2018

УДК 678.01

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.027-036

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПРИРОДЫ НАПОЛНИТЕЛЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ЭПОКСИДНОЙ СМОЛЫ DER-330

Т. А. Брусенцева^{1, а)*}, Е. О. Смирнова^{2, б)}, И. А. Веретенникова^{2, в)}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт теоретической и прикладной механики им. С.А. Христиановича СО РАН,
630090, ул. Институтская, 4/1, г. Новосибирск, Российская Федерация

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук,
620049, ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, Российская Федерация

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-7235-9763>  Brusentseva@itam.nsc.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-3954-2873>  evgeniya@imach.uran.ru;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0002-8371-7546>  irincha@imach.uran.ru

*Ответственный автор. Эл. почта: Brusentseva@itam.nsc.ru

Адрес для переписки: ул. Институтская, 4/1, 630090, г. Новосибирск, Российская Федерация
Тел.: +7 (383) 330-42-75

Исследовано влияние природы различных наполнителей на механические характеристики эпоксидной смолы DER-330. В качестве наполнителей использованы гидрофильные порошки оксида кремния А-380 и А-200, порошки на основе оксида алюминия в виде сферических частиц и нановолокон, порошок нитрида алюминия. Массовое содержание нанодобавок в матрице варьировалось от 0 до 4 %. В первой серии экспериментов исследовано влияние природы наполнителя на механические характеристики эпоксидной смолы DER-330 в режиме трехточечного изгиба. Во второй части работы методом микроиндентирования исследовано влияние природы наполнителя на твердость и нормальный модуль упругости. Экспериментально установлено, что исследуемые твердые нанопорошки усиливают эпоксидную смолу при условии, что они имеют наноразмеры, эффективно диспергированы и однородно распределены в матрице. Кроме того, для каждого наполнителя существует оптимальное содержание, при котором материал проявляет максимальные прочностные характеристики.

Ключевые слова: эпоксидная смола, нанонаполнитель, модуль упругости, напряжение при разрушении, микроиндентирование.

1. Введение

Изделия и конструкции из полимерных материалов широко используются в повседневной жизни и строительстве. Постоянное развитие технологий способствует расширению этого списка и возможностей применения данного материала. Перспективным направлением повышения эксплуатационных характеристик эпоксидных смол является использование добавок различной природы, поскольку они способствуют улучшению тепловых, механических, реологических, электрических и оптических свойств полимерных материалов [1, 2]. В частности, увеличение жесткости материала пропорционально количеству жестких частиц стеклянных шариков [3], в то время как добавление каучуковых частиц приводит к уменьшению жесткости [4], что подтверждается как в экспериментальных, так и в теоретических исследованиях [5–7]. Природа и размеры наполнителей также оказывают существенное влияние на характеристики полимерного материала. Например, использование 2 % нанопорошка

Al_2O_3 увеличивает модуль упругости эпоксидного композита на 23 % [8, 9]. Авторы работы [10] изготовили образцы гетерогенного материала на основе эпоксидной смолы, армированного наноразмерными частицами TiO_2 , и получили, что максимум напряжения при растяжении достигается при 3 % объемной концентрации наполнителя.

Появление углеродных нанотрубок (УНТ), фуллеренов, наноалмазов и активное изучение их свойств, привело к большому числу работ, посвященных изучению механических, электро- и теплопроводных свойств гетерогенных материалов с добавлением углеродных наночастиц. Это связано с тем, что физические свойства наноразмерных частиц существенно отличаются от свойств обычных материалов, поскольку большая часть атомов находится на поверхности частицы. Из результатов работ [11–13] следует, что концентрация диоксида кремния, когда достигается максимум механических характеристик эпоксидного композита, может различаться на порядки в зависимости от размера и формы частиц, присутствия связующего агента. Следовательно, при наличии нескольких варьируемых параметров наполнителя их влияние на механические характеристики гетерогенного материала носит комплексный, а не аддитивный характер. По этой причине, предсказание свойств различных по составу гетерогенных материалов на основе эпоксидной смолы является пока неразрешимой задачей и требует проведения комплексных экспериментальных исследований. Таким образом, цель работы – исследование влияния природы различных наполнителей на механические характеристики эпоксидной смолы DER-330. В качестве методов испытания выбраны трехточечный изгиб и индентирование.

2. Материалы и оборудование

В качестве полимерной матрицы для нанокompозитного материала использовали эпоксидную смолу DER-330 и отвердитель изометилтетрагидрофталевого ангидрида (ИМ-ТГФА), используемые в качестве эпоксидного связующего для создания перспективных гетерогенных материалов различного функционального назначения. Массовое содержание нанодобавок в матрице варьировалось от 0 до 4 %. В качестве наполнителей использовали нанодисперсные порошки:

1. A-380 (E1) – аэросил, гидрофильный порошок окиси кремния, $\text{SiO}_2 > 99,8 \%$; $\text{Al}_2\text{O}_3 < 0,05 \%$; $\text{Fe}_2\text{O}_3 < 0,003 \%$; $\text{TiO}_2 < 0,03 \%$; $\text{HCl} < 0,025 \%$. Среднечисленный размер 7 нм, удельная площадь поверхности $380 \text{ м}^2/\text{г}$.
2. A200 (E2) – аэросил, гидрофильный порошок окиси кремния, $\text{SiO}_2 > 99,8 \%$; $\text{Al}_2\text{O}_3 < 0,05 \%$; $\text{Fe}_2\text{O}_3 < 0,003 \%$; $\text{TiO}_2 < 0,03 \%$; $\text{HCl} < 0,025 \%$. Среднечисленный размер 14 нм, удельная площадь поверхности $200 \text{ м}^2/\text{г}$.
3. Al_2O_3 (E3) – окись алюминия, модифицированная винилтриметоксисилоном $\text{Si}(\text{OMe})_3\text{C}_2\text{H}_5$. Среднечисленный размер 65–67 нм, удельная площадь поверхности $22 \text{ м}^2/\text{г}$.
4. нв Al_2O_3 (E4) – нановолокна окиси алюминия, модифицированные винилтриметоксисилоном $\text{Si}(\text{OMe})_3\text{C}_2\text{H}_5$. Удельная площадь поверхности $425 \text{ м}^2/\text{г}$.
5. AlN (E5) – нитрид алюминия, $\text{AlN} 82 \%$; $\text{Al}(0) 3 \%$. Среднечисленный размер 40–50 нм, удельная площадь поверхности $43 \text{ м}^2/\text{г}$.

Прочностные характеристики исследованы в режиме трехточечного изгиба. Эксперименты проводили на машине для испытания материалов Zwick/Roell Z005 по стандарту испытаний *ASTM D 790*. Для эксперимента изготавливали прямоугольные образцы $4 \times 10 \times 80 \text{ мм}^3$. Нагружение (трехточечный изгиб с разгрузкой) задавали перемещением подвижной траверсы с постоянной скоростью 5 %/мин, деформацию измеряли датчиком перемещения траверсы, приложенную силу – встроенным датчиком силы. Расстояние между опорами 65 мм. Эксперименты проводили до 8 % деформации. Приведены усредненные данные испытаний не менее 5 образцов. Погрешность измерений модуля упругости составляет $\leq 3 \%$, предела прочности – $\leq 10 \%$.

Эксперименты по инструментальному индентированию [14] проводили с помощью комплекса NanoTriboindenter TI 950. При индентировании использовали треугольный режим нагружения, при котором происходит линейный рост нагрузки и разгрузки с заданным постоянным временем. Индентирование проводили с использованием трехгранной пирамиды Берковича. Первичную обработку результатов испытаний осуществляли с помощью программного обеспечения прибора по ISO 14577-1:2002. В качестве характеризующих параметров были выбраны твердость H и приведенный модуль упругости E_r .

3. Экспериментальные исследования на трехточечный изгиб

Исследовано влияние природы наполнителя на механические характеристики эпоксидной смолы DER-330. В качестве наполнителей использованы гидрофильные порошки серии E1–E5. Массовое содержание нанодобавок в матрице варьировали от 0 мас. % до 4 мас. %. Исследованы зависимости механических свойств эпоксидных композитов в режиме трехточечного изгиба от концентрации и природы наполнителя. На рис. 1 и 2 представлены концентрационные зависимости модуля Юнга и напряжения разрушения гетерогенного материала с различными наполнителями в зависимости от концентрации. Величина модуля Юнга и напряжение при разрушении базового образца эпоксидной смолы DER-330 были получены ранее в работе [15] и составляют $E_0 = 3460$ МПа и $\sigma_0 = 155$ МПа соответственно. В работе рассматриваются отнесенные значения E/E_0 и σ/σ_0 .

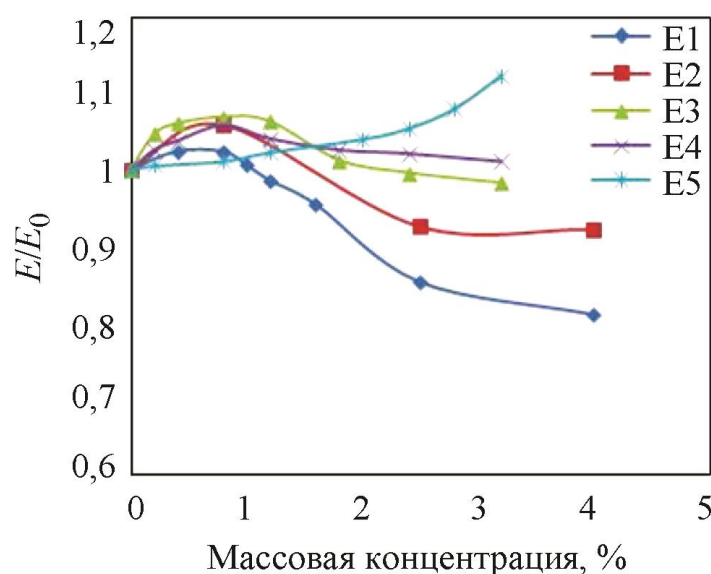


Рис. 1. Зависимость отнесенного модуля Юнга от массовой концентрации наполнителей

Качественный характер зависимости модуля Юнга от концентрации наполнителя для композитов E1–E4 подобен. До достижения концентрации 1,2 мас. % модуль упругости для всех этих образцов растет, достигая максимума, и затем плавно снижается. Максимальное увеличение на 7 % реализуется при использовании добавки Al_2O_3 (E3) в концентрации 0,8 мас. %. Для образцов E2 и E4 модуль упругости при концентрации 1,2 мас. % выше на 6 %, чем E_0 для чистой смолы соответственно. Дальнейшее увеличение концентрации вводимых добавок для образцов E3 и E4 приводит к тому, что при концентрации от 2,5 до 3,2 мас. % значения E находятся на уровне E_0 . В свою очередь для образцов E1 и E2 при введении добавки больше 1,2 мас. % наблюдается резкое падение значений модуля упругости на 20 и 8 % соответственно. Таким образом, для каждого наполнителя существует оптимальное содержание, при котором материал проявляет максимальные прочностные характеристики. Внесение наполнителя выше оптимальной концентрации приводит к образованию агломера-

тов, которые являются концентраторами напряжений, и тем самым способствуют разрушению композита при меньших нагрузках. Характер зависимости для композита с порошком нитрида алюминия (E5) отличается от других: модуль упругости монотонно растет и достигает максимума при концентрации 3,2 мас. % (увеличение на 12 %).

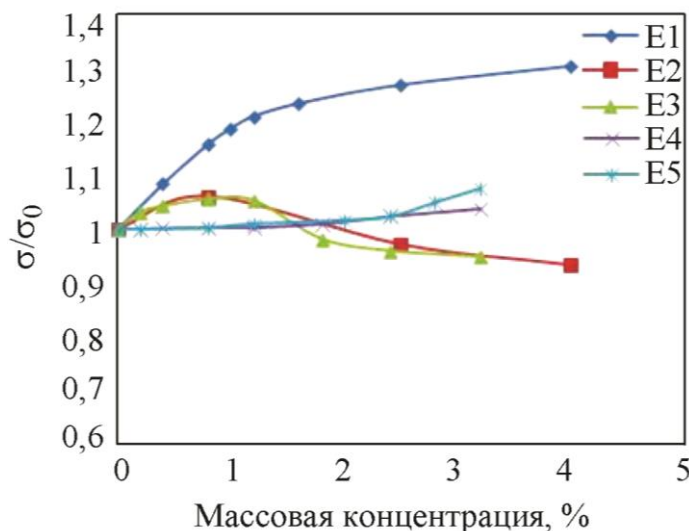


Рис. 2. Зависимость напряжения разрушения при трехточечном изгибе от массовой концентрации порошков

При добавке частиц А-380 сразу наблюдается наибольший рост показателя напряжения разрушения по сравнению с другими образцами. Так, добавление 4 мас. % частиц приводит к увеличению напряжения при разрушении на 30 %. При добавке частиц hAl_2O_3 и AlN рост напряжения при разрушении происходит только при концентрации больше 2,5 %. Для образцов с добавками E2 и E3 зависимости σ/σ_0 от массовой концентрации количественно и качественно практически совпадают. В диапазоне от 0 до 1 мас. % происходит рост напряжений разрушения, затем в диапазоне от 1 до 2 мас. % плавно уменьшается до σ_0 , затем при 2–4 мас. % уменьшается на 8 %. Таким образом, для всех добавок наблюдается неоднозначная связь между массовой концентрацией введенной добавки и полученными механическими характеристиками (модулем Юнга и напряжением при разрушении).

4. Эксперименты по микроиндентированию и их результаты

Для эксперимента по индентированию были выбраны следующие образцы: чистая смола DER-330, образцы с добавками А-380 (0,8 и 1,2 мас. %), Al_2O_3 (0,4 и 2,4 мас. %) и AlN (2,4 мас. %). Данные концентрации являются оптимальными и приводят к улучшению механических характеристик гетерогенного материала.

В первой серии экспериментов исследовали оценку степени равномерности распределения наполнителя и влияние продолжительности цикла нагружения на твердость и нормальный модуль упругости. Максимальная нагрузка при всех испытаниях составляла 0,5 Н, время нагружения (t_n) – 5; 10; 20; 30; 40; 50 и 60 с (табл. 1).

Для каждого времени нагружения было выполнено по 6 испытаний, результаты которых усреднялись. На основании проведенных тестов установлено, что разброс в значениях твердости материала для каждого образца остается в пределах 5 %, что свидетельствует о достаточно равномерном распределении частиц в полимерной матрице. На рис. 3 приведены усредненные значения твердости H (рис. 3 а) и нормального модуля упругости E_r (рис. 3 б), определяемого методом инструментального индентирования, в зависимости от времени нагрузки t_n для образцов с различными наполнителями.

Таблица 1 – Результаты экспериментов по микроиндентированию

	DER-330 0 %		A-380 0,8 %		A-380 1,2 %		Al ₂ O ₃ 0,4 %		Al ₂ O ₃ 2,4 %		AlN 2,4 %	
t_H	E_r (GPa)	H (GP)	E_r (GPa)	H (GP)	E_r (GPa)	H (GP)	E_r (GPa)	H (GP)	E_r (GPa)	H (GP)	E_r (GPa)	H (GP)
5	5,35	0,43	5,69	0,45	5,65	0,45	5,53	0,47	5,29	0,44	5,67	0,44
10	5,27	0,41	5,49	0,43	5,59	0,43	5,45	0,45	5,12	0,42	5,60	0,42
20	5,22	0,39	5,44	0,42	5,54	0,41	5,40	0,43	5,07	0,40	5,55	0,40
30	5,20	0,38	5,41	0,42	5,53	0,40	5,37	0,42	5,04	0,40	5,54	0,39
40	5,13	0,37	5,42	0,40	5,54	0,40	5,41	0,42	5,03	0,39	5,54	0,39
60	5,16	0,37	5,47	0,40	5,43	0,40	5,40	0,40	5,01	0,38	5,52	0,38

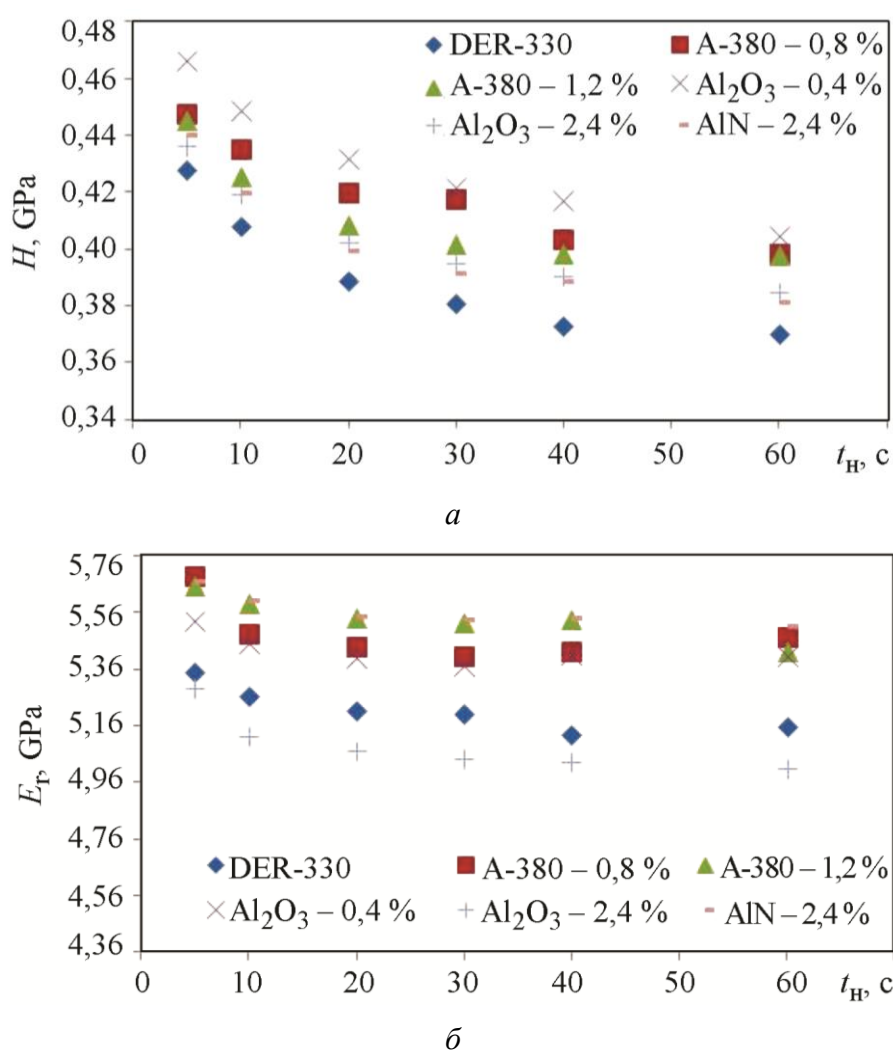


Рис. 3. Влияние времени нагружения на твердость (а) и приведенный модуль (б) для образцов

На рис. 3 а сохраняется общий вид зависимости твердости от времени нагружения в независимости от введения добавки. В диапазоне t_H от 1 до 40 с все образцы проявляют вязкие свойства, выражающиеся в уменьшении твердости при уменьшении скорости приложе-

ния нагрузки. Для эпоксидной смолы DER-330 значение твердости снижается на 14 %, для образцов, наполненных AlN – на 13 %, для SiO₂, Al₂O₃ – на 12 %. Дальнейшее увеличение времени t_n оказывает незначительное влияние на величину твердость для всех образцов.

Добавки оказывают влияние на получаемые значения твердости (табл. 2). Данные приведены для $t_n = 40$ с, считается что при этом времени нагружения получаемые значения стабилизируются и дальнейшее увеличение времени нагружения не оказывает значительного влияния на твердость. Твердость наноуполненного композита во всех случаях выше, чем у чистой эпоксидной смолы. Большее значение твердости у образцов эпоксидной смолы с нанопорошком Al₂O₃ с содержанием 0,4 % – 0,42 ГПа. В свою очередь при увеличении содержания данного порошка до 2,4 % получаемые значения твердости оказываются ниже – 0,39 ГПа. Для эпоксидной смолы с нанопорошком диоксида кремния в концентрациях 0,8 % и 1,2 % значения твердости оказываются на одном и том же уровне 0,4 ГПа. Введение в эпоксидную смолу нановолокон AlN при концентрации 2,4 % приводит к незначительному увеличению твердости – до 0,39 ГПа.

Максимум значений приведенного модуля упругости достигается при добавлении в матрицу наполнителя AlN и A-380, модуль увеличивается на 7,5 %.

Таблица 2 – Значения твердости и приведенного модуля упругости

	DER-330	A-380	A-380	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	AlN
Массовая концентрация, %	0	0,8	1,2	0,4	2,4	2,4
$H(\text{GPa})$	0,37	0,40	0,40	0,42	0,39	0,39
$E_r(\text{GPa})$	5,13	5,42	5,54	5,41	5,03	5,54

На модуль упругости, полученный при индентировании, оказывает существенное влияние размер частиц: чем меньше размеры, тем модуль упругости выше. Кроме того, наблюдаемые явления зависимости твердости и приведенного модуля упругости от состава вводимого модификатора свидетельствуют о том, что оксидный модификатор в эпоксидной смоле проявляется не только как индифферентный наполнитель, изменяющий прочностные свойства материала в соответствии с классической теорией адсорбции полимеров [14], но и в некоторых случаях как реактивный компонент, формирующий определенный набор межмолекулярных взаимодействий, в том числе ковалентное взаимодействие [15, 16].

Таким образом, используемые наполнители различаются химическими свойствами, при этом они имеют общее – наномасштабный размер частиц. Экспериментально установлено, что исследуемые твердые нанопорошки усиливают эпоксидную смолу при условии, что они имеют наноразмеры и они эффективно диспергированы и однородно распределены в матрице.

5. Заключение

Проведены исследования зависимости механических характеристик эпоксидной смолы DER-330 от природы и концентрации наполнителя. Установлено, что введение наночастиц оксида кремния в количестве 1,2 % от массы связующего приводит к увеличению напряжения при разрушении на 30 %. Введение 3,2 мас. % нитрида алюминия приводит к росту модуля упругости на 12 % при увеличении напряжения при разрушении на 7 %. Разброс в значениях твердости материала для каждого образца в пределах 5 %, что свидетельствует о достаточно равномерном распределении частиц в полимерной матрице. Показано, что в диапазоне времени нагружения от 1 до 40 с все образцы проявляют вязкие свойства, выражающиеся в уменьшении твердости при уменьшении скорости приложения нагрузки. Приведенный модуль упругости увеличивается на 7,5 % при введении в эпоксидную смолу наполнителей AlN и A-380. Экспериментально установлено, что при оптимальной концентрации 1,2 % твердые нанопорошки оксида кремния, нитрида алюминия

и оксида алюминия усиливают эпоксидную смолу при условии, что они имеют наноразмеры и равномерно распределены в матрице.

Благодарность

Работа выполнена в части изготовления образцов и проведения экспериментов в режиме трехточечного изгиба в рамках государственного задания № АААА-А17-117030610134-9, в части проведения экспериментов по индентированию – при поддержке гранта РФФИ № 16-08-01154 А.

Литература

1. Kickelbick G. Concepts for the incorporation of inorganic building blocks into organic polymers on a nanoscale // Progress in Polymer Science. – 2003. – Vol. 28, iss. 1. – P. 83–114. – DOI: 10.1016/S0079-6700(02)00019-9.
2. A review of the applications of nanocarbon polymer composites / A. Rahman, I. Ali, S. M. Al Zahrani, R. H. Eleithy // Nano. – 2011. – Vol. 06, no. 03. – P. 185–203. – DOI: 10.1142/S179329201100255X.
3. Hashin Z. The elastic module of heterogeneous materials // J. Appl. Mech. – 1962. – Vol. 29. – P. 143–150.
4. Ishai O., Cohen L. J. Strain-rate dependence of the elastic modulus of filled and porous epoxy composites // Int. J. Mech. Sci. – 1967. – Vol. 9, iss. 9. – P. 605–608. – DOI: 10.1016/0020-7403(67)90065-3.
5. Paul B. Prediction of elastic constants of multiphase materials // Trans. AIME. – 1960. – Vol. 218. – P. 36–41.
6. Omrani A., Rostami A. A. Understanding the effect of nano-Al₂O₃ addition upon the properties of epoxy-based hybrid composites // Materials Science and Engineering A. – 2009. – Vol. 517. – P. 185–190. – DOI: 10.1016/j.msea.2009.03.076.
7. Chen C. H., Jian J. Y., Yen F. S. Preparation and characterization of epoxy/ γ -aluminum oxide nanocomposites // Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. – 2009. – Vol. 40, no. 4. – P. 463–468. DOI: 10.1016/j.compositesa.2009.01.010.
8. Al-Turaif Hamad A. Effect of nano TiO₂ particle size on mechanical properties of cured epoxy resin // Progress in Organic Coatings. – 2010. – Vol. 69, no. 3. – P. 241–246. – DOI: 10.1016/j.porgcoat.2010.05.011.
9. Fracture toughness of nano- and micro-spherical silica-particle-filled epoxy composites / T. Adachi, M. Osaki, W. Araki, S-C. Kwon // Acta Materialia. – 2008. – Vol. 56, no. 9. – P. 2101–2109. – DOI: 10.1016/j.actamat.2008.01.002.
10. Synthesis and characterization of epoxy resin modified with nano-SiO₂ and γ -glycidoxypolytrimethoxy silane / H. Li, Z. Zhang, X. Ma, M. Hu, X. Wang, P. Fan // Surf. Coat. Tech. – 2007. – No. 201. – P. 5269–5272. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2006.07.143.
11. The toughness of epoxy polymers and fibre composites modified with rubber microparticles and silica nanoparticles / T. H. Hsieh, A. J. Kinloch, K. Masania, L. J. Sohn, A. C. Taylor // J. Mater. Sci. – 2010. – Vol. 45. – P. 1193–1210. – DOI: 10.1007/s10853-009-4064-9.
12. Oliver W. C., Pharr G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load–displacement sensing indentation experiments // Mater. Res. – 1992. – Vol. 7, no. 6. – P. 1564–1583. – DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
13. Influence of the nanosized filler nature on the mechanical properties of epoxy-anhydride polymer composites / T. A. Brusentseva, A. A. Filippov, V. M. Fomin, E. V. Malykhin, T. A. Vaganova // Nanotechnologies in Russia. – 2014. – Vol. 9, iss. 11–12. – P. 638–644. – DOI: 10.1134/S1995078014060068.
14. Липатов Ю. С. Физико-химические основы наполнения полимеров. – М. : Химия, 1991. – 257 с.

15. Preparation and Properties of Polymers Derived from Epoxy Resins and Oligochelato-titanophenylenesiloxanes / A. L. Suvorov, L. D. Dul'tseva, G. I. Ovchinnikova, E. A. Khrustaleva, N. Yu. Ostanina, V. I. Abramova // Russian Journal of Applied Chemistry. – 2003. – Vol. 76, no. 11. – P. 1844–1849. –DOI: 10.1023/B:RJAC.0000018697.76047.67.
16. Hoebbel D., Nacken M., Schidt H. On the influence of metal alkoxides on the epoxide ring-opening and condensation reactions of 3-glycidoxypropyltrimethoxysilane // J. Sol-Gel Sci. Technol. – 2001. – Vol. 21, no. 3. – P. 178–187. – DOI: 10.1023/A:1011274301896.

Received: 09.06.2018

Revised: 05.09.2018

Accepted: 19.10.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.037-050

HYDROGEN DIAGNOSTICS OF METALS AND ALLOYS

A. M. Polyanskiy^{1, a)}, V. A. Polyanskiy^{2, 3, b)*}, K. P. Frolova^{2, 3, c)}, and Yu. A. Yakovlev^{2, 3, d)}

¹RDC Electron & Beam Technology, Ltd., 6 Bronevaya St., St. Petersburg, 198188, Russian Federation

²Peter the Great St. Petersburg Polytechnic University,
29 Politekhnicheskaya, St., St. Petersburg, 195251, Russian Federation

³Institute for Problems in Mechanical Engineering, RAS,
61 Bolshoy Ave., V. O., St. Petersburg, 199178, Russian Federation

a)  <https://orcid.org/0000-0002-6470-9583>  ampol@electronbeamtech.com;

b)  <https://orcid.org/0000-0002-1199-1028>  vapol@mail.ru;

c)  <https://orcid.org/0000-0003-0376-4463>  kspfrolova@gmail.com;

d)  <https://orcid.org/0000-0002-5041-0441>  yura.yakovlev@gmail.com

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

Address for correspondence: V. O., Bolshoy pr., 61, St. Petersburg 199178, Russian Federation

Tel.: +7 921 748 06 37; fax: +7 812 321 47 71

Within the framework of this paper, we review the development of the problem of hydrogen diagnostics for metals. Metal sample enrichment techniques based on the hydrogen vacuum extraction method had been used for a long time. The development of industrial control technologies has led to the almost complete replacement of vacuum techniques with atmospheric ones. As a result, systematic errors have occurred. These errors lead to multiple differences of certified hydrogen concentration values from measured ones for standard samples.

In this paper, we analyze reasons for the genesis of systematic errors observed for hydrogen measurements while applying the thermal conductivity cell technique. As a result, we have demonstrated that measurements resulting from sample heating and melting in an inert gas flow depend on the heat capacity of the sample and the surface temperature of the melting pot. This explains multiple errors and even negative values in measurements of low hydrogen concentrations.

Keywords: hydrogen diagnostics, hydrogen analyzer, extraction in an inert gas flow, thermal conductivity cell.

Acknowledgment

The research was supported by the RFBR, projects No. 18-08-00201, 18-31-00329 and 17-08-00783.

References

1. Gesner G.W. Process of making alloys of iron and hydrogen. *US Patent 670,775*, 1901.
2. Kinzel A.B. Method of casting steel ingots. *US Patent 1,888*, 1932.
3. Andrew T., Thomas K.B. Process of manufacturing steel. *US Patent 695,264*, 1902.
4. Bernhard O. *Leitfaden für Gießereilaboratorien*, Berlin, Heidelberg, Springer, 1915. 44p. ISBN 978-3-662-40626-7. DOI: 10.1007/978-3-662-41106-3.
5. Keiichi O. On the importance of hydrogen-brittleness as a defect in steel qualities. *Tetsu-to-Hagane*, 1938, vol. 24, no. 11, pp. 1005–1013. DOI: 10.2355/tetsutohagane1915.24.11_1005.

6. De Haas W.J., Hadfield R. On the Effect of the Temperature of Liquid Hydrogen (-252.8°C) on the Tensile Properties of Forty-One Specimens of Metals Comprising (a) pure iron 99.85 %; (b) four carbon steels; (c) thirty alloy steels; (d) copper and nickel; (e) four non-ferrous alloys. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A*, 1934, vol. 232, pp. 297–332.
7. Zapffe C.A., Sims C.E. Hydrogen embrittlement, internal stress and defects in steel. *Trans. AIME*, 1941, vol. 145, no. 1941, pp. 225–271.
8. Jordan L., Eckman J.R. Determination of Oxygen and Hydrogen in Metals by Fusion in Vacuum. *Industrial & Engineering Chemistry*, 1926, vol. 18, no. 3, pp. 279–282. DOI: 10.1021/ie50195a017.
9. Brown D. Apparatus for determining hydrogen in steel. *US Patent 2,387,878*, 1945.
10. Scafe R.M. Determination of Hydrogen in Steel Sampling and Analysis by Vacuum Extraction. *Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers*, 1945, vol. 162, p. 375.
11. Olof R. Continuously-operating gas-analyzing apparatus. *US Patent 1,644,951*, 1927.
12. Willenborg W.J. Method of and means for analyzing gases by differential thermal conductivity measurements. *US Patent 2,042,646*, 1936.
13. Stewart A.T., Squires G.L. Analysis of ortho-and para-hydrogen mixtures by the thermal conductivity method. *Journal of Scientific Instruments*, 1955, vol. 32, no. 1, pp. 26.
14. Hulsberg H.A. Hydrogen analyzer. *US Patent 2,671,337*, 1954.
15. Willenborg W.J. Single cell thermal conductivity measurements. *US Patent 2,255,551*, 1941.
16. Nolan D., Pitrun M. Diffusible hydrogen testing in Australia. *Welding in the World*, 2004, vol. 48, no. 1–2, pp. 14–20. DOI: 10.1007/BF03266409.
17. Konopel'ko L.A., Polyanskii A.M., Polyanskii V.A., Yakovlev Y.A. New Metrological Support for Measurements of the Concentration of Hydrogen in Solid Samples. *Measurement Techniques*, 2018, vol. 60, no. 12, pp. 1222–1227. DOI: 10.1007/s11018-018-1343-3.
18. Hassel A.W., Merzlikin S.V., Mingers A., Georges C., Flock J., Bergers K., Zwettler F. *Methodology of Hydrogen Measurements in Coated Steels*, Luxembourg, Publications Office of the European Union, 2013, 161 p. ISBN 978-92-79-29712-0.
19. Andronov D.Yu., Arseniev D.G., Polyanskiy A.M., Polyanskiy V.A., Yakovlev Yu.A. Application of multichannel diffusion model to analysis of hydrogen measurements in solid. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2017, vol. 42, no. 1, pp. 699–710. DOI: 10.1016/2016.10.126.
20. Titov, V.V., Khutoretskii, G.M., Zagorodnaya, G.A. et al. *Turbogeneratory. Raschet i konstruktsiya* [Turbogenerators: Calculation and Design, N.P. Ivanov and R.A. Lyuter, eds.]. Leningrad, Energiya Publ., 1967.
21. Abarca A.N. *High Precision Flow Compensated Thermal Conductivity Detector for Gas Sensing with Read-out Circuit*. Master thesis, Delft, 2015.
22. GOST 21132.1-98. Aluminum and aluminum alloys. Methods for determination of hydrogen in solid metal by vacuum hot extraction. (In Russian).
23. Polyanskii A.M., Polyanskii V.A., Yakovlev Yu.A., Study of specimen degassing completeness in analyzing hydrogen content in aluminum alloys. *Metallurg*, 2011, no. 4, pp. 87–92. (In Russian).
24. Konopelko L.A., Polyanskiy A.M., Polyanskiy V.A., Yakovlev Yu.A. A metrological base for measuring hydrogen concentration for further development of technologies. In: *Materialy i tekhnologii dlya Arktiki* [Materials and Technologies for the Arctic: international con-

ference proceedings]. St. Petersburg, 2017, pp. 260–267. ISBN 978-5-900791-36-4. (In Russian).

25. Purcell J.E., Ettre L.S. Analysis of hydrogen with thermal conductivity detectors. *Journal of Chromatographic Science*, 1965, vol. 3, no. 2, pp. 69–71. DOI: 10.1093/3.2.69.

26. Watanabe M., Inoue R., Ichikawa D., Furusaki K. Development of Thermal Conductivity Type Hydrogen Sensor. *ECS Transactions*, 2010, vol. 28, no. 20, pp. 31–42. DOI: 10.1149/1.3489930.

Подана в журнал: 09.06.2018
УДК 539.43:669.018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.037-050

ВОДОРОДНАЯ ДИАГНОСТИКА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

А. М. Полянский^{1, а)}, В. А. Полянский^{2, 3, б)}, К. П. Фролова^{2, 3, в)}, Ю. А. Яковлев^{2, 3, г)}

¹НПК «Пучковые технологии», ул. Броневая, 6, Санкт-Петербург, Российская Федерация

²Институт Проблем Машиноведения РАН, Васильевский остров,
Большой проспект, 61, Санкт-Петербург, Российская Федерация

³Санкт-Петербургский Политехнический университет Петра Великого,
ул. Политехническая, 29, Санкт-Петербург, Российская Федерация

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-6470-9583>  ampol@electronbeamtech.com;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-1199-1028>  vapol@mail.ru;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0003-0376-4463>  kspfrolova@gmail.com;

^{г)}  <https://orcid.org/0000-0002-5041-0441>  yura.yakovlev@gmail.com

* Ответственный автор. Электронная почта: vapol@mail.ru

Адрес для переписки: Большой проспект, 61, о. Васильевский, 199178, Санкт-Петербург, Российская Федерация
Тел.: +7-921-748-06-37; факс: +7-812-321-47-71

В статье дан обзор развития водородной диагностики металлов. Долгое время использовались методы обогащения пробы за счет вакуумной экстракции водорода из металлических образцов. Развитие технологий промышленного контроля привело к практически полному вытеснению вакуумных методик «атмосферными». В результате появились систематические ошибки, дающие многократную разницу между аттестованными и измеренными значениями стандартных образцов при межлабораторных сличениях.

Проведен анализ причин возникновения систематических ошибок, наблюдаемых при измерениях концентрации водорода с помощью ячейки теплопроводности. Показано, что результат измерения приборами, работающими на принципе нагрева и плавления образцов в газе-носителе, зависит не только от стабильности электронных систем и датчиков температуры образца, но и от его теплоемкости, а также состояния поверхности тигля. Этим объясняются многократные систематические ошибки измерения малых концентраций и отрицательные концентрации водорода.

Ключевые слова: водородная диагностика, анализатор водорода, экстракция в потоке газа-носителя, ячейка теплопроводности.

1. Введение

Сильное влияние растворенного водорода на свойства металлов было впервые обнаружено М. Фрему при исследовании влияния газов на свойства сталей в 1861 году. Изучая окклюзию газов металлами, он сделал вывод о том, что сталь поучается из сплава железа только после удаления из него водорода.

Эти знания сорок лет не имели практической ценности. Боле того, водород часто использовался для улучшения качества сталей [1, 2]. Тем не менее, в начале 20 века было обнаружено, что пузыри в слитках бессемеровской стали заполнены водородом [3], а основной причиной возникновения хрупкости сталей, использованных при производстве аммиака, является водород. Этот вид хрупкости получил название водородной. Для ее профилактики предлагалось выдерживать стальные слитки при температуре 700 °С в течение нескольких часов.

Другой проблемой начала 20 в. было появление несплошностей проката – флокенов. Первоначально их образование объясняли наличием гидроксидов железа [4]. Позже (практически через 75 лет после открытий М. Фрему) выяснилось, что такой причиной является

растворенный в сталях водород [5], который накапливается в жидком металле в мартеновской печи.

В начале 40-х гг. началось применение водородной диагностики в промышленности [6, 7]. Важной особенностью проводимых серийно исследований являлось то, что критические уровни концентрации или содержания водорода были очень низкими: всего 4 миллионных массовых доли. Подобная точность измерения недостижима для большинства аналитических методов до сих пор.

Вследствие этого широко использовались вакуумные методы обогащения пробы [8, 9, 10], при которых все газы, выделяющиеся из нагреваемого в вакууме металлического образца, откачивались в калиброванный объем, после чего в нем измерялось давление, а затем производился компонентный анализ газовой смеси с выделением водорода.

Главным недостатком вакуумных методов являлась большая длительность подготовительных работ. Как правило, для исключения фоновых потоков водорода необходимо было откачать всю систему измерительного прибора до высокого вакуума после загрузки образца в вакуумную систему и измерить поправку холостого опыта. Для этого необходимо накапливать фоновый поток водорода в калиброванном объеме, на что требовалось около часа времени. Кроме того, сам процесс вакуумной экстракции мог длиться часами или даже сутками.

Пользуясь опытом быстрых анализаторов кислорода, работающих по принципу восстановительного плавления пробы в потоке газа-носителя и позволяющих проводить измерения за несколько минут, производители измерительного оборудования для промышленности предложили использовать аналогичный метод для измерения концентрации водорода. Высокая температура экстракции позволяла сократить время извлечения водорода, а наличие инертного газа-носителя при атмосферном давлении позволяло избежать вскипания металлической пробы, а также быстро подготовить измерительную систему методом промывания чистым газом-носителем.

Для измерения концентрации водорода в газе-носителе предлагалось использовать разработанную ранее для хроматографов [11, 12] ячейку теплопроводности [13, 14, 15]. Принцип действия этого детектора основан на измерении дифференциальной разницы в теплопроводности чистого инертного газа-носителя и газа-носителя, смешанного с водородом, выделившимся из металлического образца при его нагревании.

Сокращение времени анализа водорода от одного часа до десяти минут имело решающее значение для промышленности. Более дешевые и быстрые «атмосферные» анализаторы стали вытеснять вакуумные из заводских лабораторий, и в настоящий момент в мире серийно производится около десятка различных «атмосферных» анализаторов водорода и единственный – вакуумный.

Отсутствие альтернативы в промышленности постепенно привело к тому, что метрологические аттестации, калибровки и научные исследования стали проводиться в основном с применением «атмосферных» анализаторов.

Данное положение дел привело к значительным проблемам. Оказалось, что водород – единственный элемент таблицы Менделеева, по которому не проводятся регулярные межлабораторные сличения аттестованных лабораторий. Данные различных лабораторий по измерению концентрации водорода расходятся в несколько раз [16, 17], особенно для стандартных образцов с концентрацией водорода менее 1 ppm [18].

В работе [19] исследовано влияние неполного извлечения водорода при использовании метода плавления в потоке газа-носителя для измерения концентрации водорода в алюминиевых сплавах. Тем не менее, большой разброс результатов измерений наблюдается также для сталей [16–18]. По всей видимости, существует неучтенная причина возникновения больших ошибок измерения малых концентраций водорода (менее 1 ppm).

Цель исследования – проведение всестороннего анализа работы детектора водорода. В работе будут изучены причины возникновения систематических ошибок, наблюдаемых при измерениях концентрации водорода с помощью ячейки теплопроводности в анализаторе во-

дорода, принцип действия которого основан на нагревании и плавлении образца в потоке инертного газа-носителя аргона.

2. Анализ работы детектора водорода

В настоящий момент в атмосферных анализаторах водорода распространено два основных принципа детектирования. Более старым является классическая ячейка теплопроводности. В некоторых анализаторах используется окисление водорода на ячейке из закиси меди до воды с последующим детектированием воды в газе-носителе инфракрасным датчиком.

Инфракрасный метод имеет большое количество этапов, проблемных, с точки зрения возникновения систематических ошибок измерения. Так, стандартный аргон или азот особой чистоты, который используется в качестве газа-носителя, содержит по техническим условиям около 10 ppm воды, водорода, углеводородов, которые не удастся удалить промышленным способом. В этой связи, трудно ожидать стопроцентного удаления этих газов внутри анализатора до обработки водорода на закиси меди, а уровень «полезной» концентрации водорода имеет тот же порядок 5–20 ppm. Для учета возможных ошибок требуется дополнительный экспериментальный анализ наиболее сильно влияющих на них этапов обработки газа-носителя.

Рассмотрим работу более простого детектора – ячейки теплопроводности. Ее схема представлена на рис. 1.

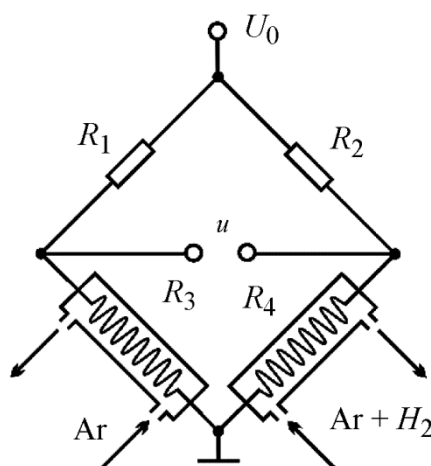


Рис. 1. Схема ячейки теплопроводности

Ячейка теплопроводности представляет собой измерительный мост, на который подается постоянное опорное напряжение U_0 . Ток, величина которого зависит в основном от прецизионных резисторов R_1 и R_2 , греет платиновые чувствительные резистивные элементы резисторов R_3 и R_4 моста. Охлаждение резисторов производится за счет обдува чистым газом-носителем и тем же газом, который обдувает нагреваемый в особой камере тигель с металлическим образцом и смешивается с водородом.

Прогрев тигля с образцом может производиться как с помощью ВЧ-тока, бесконтактно, так и электрическим током с помощью специального контактного электрода.

Приблизительная схема экстракционной камеры приведена на рис. 2.

После обдува металлического образца в экстракционной камере газ-носитель поступает на очистку от различных веществ, которые выделяются попутно с водородом и могут загрязнить чувствительный платиновый элемент ячейки теплопроводности. В процессе очистки происходит теплообмен газа с порошкообразным сорбентом. Стеклообразные трубки с сорбентом размещены на передней панели анализаторов водорода. Считается, что темпера-

тура газа, смешанного с водородом, выравнивается с температурой опорного газа-носителя, который проходит сквозь такой же сорбент, находящийся в соседней трубке.

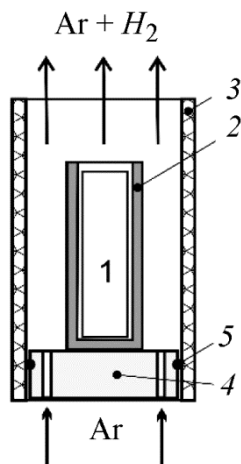


Рис. 2. Схема экстракционной камеры анализатора водорода: 1 – металлический образец; 2 – тигель (как правило, графитовый); 3 – трубка из кварцевого стекла; 4 – заземленный пьедестал для тигля; 5 – уплотнения трубки и пьедестала

После очистки сорбентом газы поступают на детектирующую ячейку теплопроводности (рис. 1), которая фактически измеряет разность потенциалов в диагонали электрометрического моста. Эта разность линейно связана с разностью средних температур платиновых элементов.

Анализаторы водорода фиксируют зависимость разности потенциалов от времени, которая после калибровки является экстракционной кривой. Площадь между экстракционной кривой и фоновой линией равна количеству выделившегося водорода. Для калибровки либо используют стандартный образец, либо вводят водород из калиброванного объема через пористую мембрану в газ-носитель. При этом давление водорода в калиброванном объеме заранее известно.

Можно оценить среднюю разность температур, возникающую при стандартном измерении концентрации водорода. Мощность электрического тока в каждом чувствительном элементе ячейке теплопроводности рассеивается в обдувающий ее газ и вычисляется по формуле (1):

$$\begin{aligned} q_{IAr} &= K_{Ar} S_{Pt} (T_{PtAr} - T_{Ar}); \\ q_{I\Sigma H_2} &= K_{\Sigma H_2} S_{Pt} (T_{Pt\Sigma H_2} - T_{\Sigma H_2}), \end{aligned} \quad (1)$$

где индекс Ar относится к характеристикам потока чистого газа-носителя (аргона), индекс ΣH_2 относится к характеристикам потока смеси газа-носителя с водородом; q_I – мощность электрического тока, проходящего через спираль ячейки теплопроводности; K – коэффициент теплоотдачи; S_{Pt} – площадь обдуваемой поверхности платинового элемента; T_{Pt} – средняя температура платинового элемента; T – температура газа или газовой смеси.

В случае динамического потока газов, ячейка теплопроводности измеряет скорее разность в коэффициенте теплоотдачи от прогреваемого электрическим током платинового чувствительного элемента к обдувающему его газовому потоку, чем теплопроводность в полном смысле этого слова. Этот коэффициент в случае турбулентного газового потока обусловлен, в основном, движением газа в пограничном слое и, как показывает практика, в чистом водороде лишь в полтора раза больше, чем в воздухе [20]. При рабочих концентрациях водорода

в газе-носителе порядка единиц объемных миллионных долей ($vppm$), разница будет совсем несущественной. Поэтому внутри ячейки теплопроводности необходимо обеспечить ламинарный поток газа. В этом случае коэффициент теплоотдачи вычисляется по формуле (2):

$$K = 0,5 (Gr \cdot Pr)^{0,25} \frac{\lambda}{d}, \quad (2)$$

где Gr – число Грассхофа; Pr – число Прандтля; λ – коэффициент теплопроводности; d – определяющий размер канала.

Определяющий размер канала определяется по формуле (3):

$$d = \frac{S}{P}, \quad (3)$$

где S – площадь поперечного сечения канала; P – периметр поперечного сечения канала.

Число Грассхофа и число Прандтля вычисляется по формулам (4) и (5) соответственно:

$$Gr = \frac{gd^3}{\nu^2} \frac{(T - T_{cp})}{T_{cp}}, \quad (4)$$

$$Pr = \frac{\alpha C}{\lambda}, \quad (5)$$

где g – ускорение свободного падения; ν – коэффициент кинематической вязкости среды; $T - T_{cp}$ – перепад температур между нагреваемым/охлаждаемым объектом и средой; T_{cp} – температура охлаждающего газа; α – коэффициент динамической вязкости газа; C – коэффициент теплоемкости газа.

Коэффициент кинематической вязкости газа вычисляется по формуле (6):

$$\nu = \frac{\alpha}{\rho}, \quad (6)$$

где ρ – плотность газа.

При подстановке всех коэффициентов, характеризующих поток и заданных выражениями (3)–(6), в формулу (2) для вычисления коэффициента теплоотдачи, получим следующее выражение (7):

$$K = 0,5 \frac{\lambda}{d} \left(\frac{\alpha C}{\lambda} \frac{gd^3}{\nu^2} \frac{1}{T_{cp}} \right)^{0,25} (T - T_{cp})^{0,25} = \tilde{k}_{cp} (T - T_{cp})^{0,25}. \quad (7)$$

Для определения разницы температур между спиралью, обдуваемой потоком чистого аргона, и спиралью, обдуваемой потоком смеси аргона с водородом, учтем, что:

$$q_{IAr} = q_{I\Sigma H_2} = q_I, T_{Ar} = T_{\Sigma H_2} = T_{cp}. \quad (8)$$

Тогда рассеиваемую газом мощность электрического тока в каждом из чувствительных платиновых элементов можно определить по формуле (9), соответственно для $\tilde{k}_{cp} = \tilde{k}_{Ar}$, $T_{Pt} = T_{PtAr}$, и $\tilde{k}_{cp} = \tilde{k}_{\Sigma H_2}$, $T_{Pt} = T_{Pt\Sigma H_2}$:

$$q_I = \tilde{k}_{cp} S_{Pt} (T_{Pt} - T_{cp})^{1,25}. \quad (9)$$

Выражение для искомой разницы температур между спиралями ячейки теплопроводности имеет следующий вид:

$$\Delta T = T_{PtAr} - T_{Pt\Sigma H_2} = 1,25 \sqrt{\frac{q_I}{\tilde{k}_{Ar} S_{Pt}}} - 1,25 \sqrt{\frac{q_I}{\tilde{k}_{\Sigma H_2} S_{Pt}}} = (T_{PtAr} - T_{Ar}) \left[1 - 1,25 \sqrt{\frac{\tilde{k}_{Ar}}{\tilde{k}_{\Sigma H_2}}} \right]. \quad (10)$$

Поскольку для вычисления разности средних температур между платиновыми чувствительными элементами необходимо определить отношение приведенных коэффициентов теплоотдачи $\tilde{k}_{Ar} / \tilde{k}_{\Sigma H_2}$, найдем для аргона и смеси аргона с водородом вместо коэффициента $\tilde{k}_{cp}$ коэффициенты K_{cp}^* , включающие только различающиеся параметры двух газовых сред и выражаемые соотношением (11):

$$K_{cp}^* = \lambda \left(\frac{\alpha C}{\lambda v^2} \right)^{0,25}. \quad (11)$$

В качестве рабочих температур газовой среды будем рассматривать значения температур 20 °С и 600 °С, так как именно в таком диапазоне они варьируются в различных измерительных приборах. Различные характеристики аргона и водорода, вычисленные при температуре среды 20 °С и 600 °С представлены в таблицах 1, 2 соответственно.

Таблица 1 – Характеристики аргона

$T_{cp}, ^\circ C$	$\lambda_{Ar}, Bm/m \cdot K$	$\alpha_{Ar} \cdot 10^{-6}, Pa \cdot c$	$C_{Ar}, Дж/кг \cdot K$	$\rho_{Ar}, кг/м^3$	$v_{Ar} \cdot 10^{-6}, м^2/с$
20	0,018	22,15	521	1,78	12
600	0,039	48,70	521	0,56	87

Таблица 2 – Характеристики водорода

$T_{cp}, ^\circ C$	$\lambda_{Ar}, Bm/m \cdot K$	$\alpha_{Ar} \cdot 10^{-6}, Pa \cdot c$	$C_{Ar}, Дж/кг \cdot K$	$\rho_{Ar}, кг/м^3$	$v_{Ar} \cdot 10^{-6}, м^2/с$
20	0,191	8,80	14 260	0,090	98
600	0,433	18,28	14 800	0,028	653

Вычисление максимальной объемной концентрации водорода в газе-носителе можно сделать, исходя из треугольной аппроксимации пика зависимости потока водорода от времени (экстракционной кривой) по формуле (12):

$$Q_{VH_2} = \frac{V_{H_2}}{V_{Ar}} = \frac{m_{H_2} / \rho_{H_2}}{W_{Ar} t / 2}, \quad (12)$$

где Q_{VH_2} – максимальная объемная концентрация водорода в газе-носителе; V_{H_2} , V_{Ar} – объем газов при нормальных условиях; m_{H_2} – масса водорода; ρ_{H_2} – плотность водорода; W_{Ar} – объемный расход газа-носителя; t – время проведения анализа.

Масса водорода вычисляется из предположений о массовой концентрации водорода в 0.5 ppm. Считая массу образца стандартной формы и размеров равной $m_{обр} = 5$ г, масса водорода определяется по формуле (13):

$$m_{H_2} = 0,5 ppm \cdot m_{обр} \quad (13)$$

Возьмем следующие значения параметров при нормальных условиях (по данным конкретных измерительных приборов): $W_{Ar} = 0,26 \frac{dm^3}{мин}$, $t = 5$ мин. Тогда максимальная объемная концентрация водорода в газе-носителе составит $Q_{VH_2} = 51,3 vvpn$ и при температуре газа в ячейке теплопроводности 20 °C, и при температуре 600 °C, так как расход задается дозирующими вентилями на входе в систему, в момент, когда газ холодный.

Коэффициент теплоотдачи для смеси аргона с водородом будем вычислять, в силу малости концентрации водорода в газовой смеси, по следующей приближенной линейаризованной формуле (14):

$$K_{\Sigma H_2} = Q_{VH_2} K_{H_2} + (1 - Q_{VH_2}) K_{Ar}. \quad (14)$$

Рабочая температура платинового элемента является закрытым параметром. Результаты расчета опубликованы только для некоторых конкретных конструкций чувствительного элемента [20]. Очевидно, что чем выше температура, тем больше чувствительность ячейки к концентрации водорода. Возьмем предельные цифры для температуры газовой среды 20 °C и 600 °C, а для рабочей температуры платинового чувствительного элемента 700 °C и температуру плавления – 1770 °C.

В табл. 3 представлены значения разности температур двух платиновых элементов ΔT , вычисленные при разных температурах обдувающей их среды и разных температурах элемента, обдуваемого чистым аргоном.

Таблица 3 – Значения разности температур двух платиновых элементов

$T_{Ar}, ^\circ C$	$T_{PtAr}, ^\circ C$	$\Delta T, ^\circ C$
20	700	0,075
20	1770	0,192
600	700	0,005
600	1770	0,058

3. Обсуждение результатов

Полученная нами средняя разница в температурах платиновых чувствительных элементов говорит о высокой чувствительности и стабильности работы электронной схемы анализаторов водорода. Она позволяет достоверно измерять разницу порядка 0,07 % в электрических сопротивлениях. Вместе с тем, есть несколько физических процессов, которые будут вносить ошибку в измерения.

Газ-носитель и газ-носитель с водородом, выделившимся из образца, кондиционируются перед подачей на входы ячейки теплопроводности. Так как внутри анализаторов течет поток газов, кондиционеры являются, по сути, теплообменными аппаратами, а теплообмен между газовой средой и твердыми поверхностями происходит медленно. Как показывают прикидочные расчеты, при разнице температур в несколько градусов теплообмен фактически прекращается, то есть обеспечить кондиционирование газового потока с точностью поддер-

жания температуры в доли градуса чрезвычайно тяжело. Это может приводить к тому, что исходная разница температур между газами будет превосходить десятки доли градуса, что автоматически меняет среднюю разницу температур платиновых элементов на близкую по значению величину.

Возникает вопрос – откуда может взяться разница в температурах газовых потоков. Очевидно, что образец и тигель, нагретые до высокой температуры, будут подогревать газ-носитель, протекающий в непосредственном контакте со стенками тигля (рис. 2). Количество поглощенного газом тепла зависит от степени шероховатости стенок тигля и внутренних стенок трубки из кварцевого стекла, которые имеют тенденцию загрязняться брызгами металла и парами веществ, выделяющихся при нагревании образцов до высокой температуры. Оценочный расчет можно сделать, исходя из представлений о теплоемкости тигля, образца и газ-носителя, протекающего мимо образца в процессе анализа содержания водорода. Оценка показывает, что даже при условии, что газ-носитель будет отбирать только половину энергии, потраченной на нагрев образца, перегрев газа-носителя составит сотни градусов.

Пустой тигель из-за примерно в два-три раза меньшей теплоемкости нагреет газ соответственно в два-три раза меньше, чем тигель с образцом. В этой связи «холостой опыт», который позволил бы установить фоновые значения водорода, невозможен. Водород содержится даже в дегазированном металле либо внутри, либо на поверхности [22], поэтому изготовить «нулевой» металлический образец с нулевым содержанием водорода даже при уровне концентраций в десятки доли *ppm* невозможно. Эта точка зрения находит подтверждение как в наших [23], так и в независимых исследованиях [18].

В нашей работе [23] описаны измерения содержания водорода в 54 калибровочных образцах, выточенных из одного стандарта содержания водорода алюминиевого сплава D16. Измерения проводились в сертифицированной заводской лаборатории на поверенном и сертифицированном анализаторе водорода RH402 (производитель LECO). Три измерения дали нулевой результат и одно – отрицательную концентрацию растворенного водорода. С одной стороны, это означает всего лишь 8 % негодных измерений, которые нужно отбросить. С другой стороны, отрицательная концентрация в протоколе измерений, безусловно, требует объяснений. Наш анализ работы ячейки теплопроводности позволяет дать такие объяснения. «Провал» экстракционной кривой ниже фона может быть вызван более плотным прилеганием конкретного образца к тиглю. Из-за этого процесс теплоотдачи газу будет идти быстрее, и газ прогреется немного больше. Возможно, также, что тигли имеют разные коэффициенты шероховатости. Из-за этого относительные доли излученного и переданного газу носителю тиглем тепла будут разной, а, следовательно, газ по-разному прогреется за счет теплоотдачи с поверхности тигля.

Последний эффект наблюдался независимыми исследователями. В [18] описаны опыты по измерению концентрации водорода в пустых тиглях с помощью, вероятно, прибора Juwe H-mat 221. В отчете не указано точно, каким прибором производились измерения, но среди перечисленных там «атмосферных» анализаторов, только H-mat 221 обладал необходимой для измерений чувствительностью.

Важно, что все экстракционные кривые в [18] при нагревании пустого тигля становятся отрицательными. Они располагаются ниже исходного фона на разную величину, которая зависит от частоты использования тигля. Таким образом, интеграл от них относительно фона даст отрицательное значение. Этот результат подтверждает наши оценки и предположения.

Разницу между тиглями легко объяснить, если учесть, что тигель прогревается при стандартном измерении примерно до 1000 °C. Его внешние стенки при этом меняют свою структуру и шероховатость, а также покрываются испарениями из образцов. Таким образом, свойства поверхности тигля и доля тепла, уносимая газом, могут существенно меняться от одного измерения к другому.

Имеется еще одно системное соображение, которое объясняет многочисленные проблемы, возникающие при работе «атмосферных» анализаторов водорода. Как уже отмеча-

лось, относительный порядок измеряемой величины – 10^{-6} . Причем, ситуация принципиально не меняется при извлечении водорода в газ-носитель, так как масса газа-носителя, используемого при одном анализе, и стандартная масса образца сопоставимы, например 1 г и 5 г.

Серийное промышленное измерение с такой точностью без обогащения пробы будет зависеть от стабильности большого количества параметров, начиная от стабильности электрических параметров АЦП, опорных элементов питания, температуры газа-носителя, теплообмена, и заканчивая стабильностью теплоемкости различных образцов из различных сплавов, которая в принципе не может быть одинаковой, так как калибровка осуществляется по стандартным образцам, которых в гос. реестре всего четыре на весь сортамент сталей, алюминиевых и титановых сплавов. Существенное обогащение пробы возможно только в вакуумных методиках измерения или за счет сорбции водорода (хроматографии).

Полученные нами оценки позволяют объяснить значительный разброс, который наблюдается при измерениях концентрации водорода в аттестованных стандартных образцах в различных аттестованных лабораториях [24].

Важно отметить, что ячейка теплопроводности в интересующем нас диапазоне объемных концентраций водорода обладает нелинейной чувствительностью к ним [25, 26]. Это вносит дополнительные ошибки, особенно в случае, когда калибровка анализатора и измерения происходят в разных диапазонах концентраций.

4. Заключение

Проведен анализ причин возникновения систематических ошибок при измерениях концентрации водорода в металлах, которые могут достигать при использовании современных измерительных приборов семи-восьми раз. Показано, что принцип детектирования водорода, основанный на его большой теплопроводности в газовой фазе, не позволяет избежать влияния множества факторов окружающей среды, состава пробы, состояния тиглей и условий проведения измерений на его результат. Показано, что это влияние может быть определяющим и существенно менять измеряемую величину концентрации водорода, особенно при концентрации водорода менее 1 ppm.

Данные концентрации находятся за пределами чувствительности большинства современных аналитических методов определения компонентного состава вещества. Их измерения требуют обогащения пробы, которого в атмосферных анализаторах водорода не происходит.

Таким образом, вывод фундаментального отчета европейской программы [18] о том, что не существует надежных стандартных образцов с аттестованным содержанием водорода менее 1 ppm необходимо дополнить выводом о непригодности атмосферных анализаторов водорода для измерений в образцах металлов с концентрацией водорода менее 1 ppm.

Благодарность

Исследование выполнено при поддержке РФФИ, проекты No. 18-08-00201, 18-31-00329 и 17-08-00783.

Литература

1. Process of making alloys of iron and hydrogen : pat. 670,775 U.S. / Gesner G. W. – Publ. 26.03.1901.
2. Method of casting steel ingots : pat. 1,888,132 U.S. / Kinzel A. B. – Publ. 15.11.1932.
3. Process of manufacturing steel : pat. 695,264 U.S. / Andrew T., Thomas K. B. – Publ. 11.03.1902.
4. Bernhard O. Leitfaden für Gießereilaboratorien. – Berlin, Heidelberg : Springer, 1915. – 44 p. – ISBN 978-3-662-40626-7. – DOI: 10.1007/978-3-662-41106-3.

5. Keiichi O. On the importancy of hydrogen-brittleness as a defect in steel qualities // Tetsu-to-Hagane. – 1938. – Vol. 24, no. 11 – P. 1005–1013. – DOI: 10.2355/1915.24.11_1005.
6. De Haas W. J., Hadfield R. On the Effect of the Temperature of Liquid Hydrogen (-252.8°C) on the Tensile Properties of Forty-One Specimens of Metals Comprising (a) pure iron 99.85%; (b) four carbon steels; (c) thirty alloy steels; (d) copper and nickel; (e) four non-ferrous alloys // Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A. – 1934. – Vol. 232. – P. 297–332.
7. Zapffe C. A., Sims C. E. Hydrogen embrittlement, internal stress and defects in steel // Trans. AIME. – 1941. – Vol. 145, no. 1941. – P. 225–271.
8. Jordan L., Eckman J. R. Determination of Oxygen and Hydrogen in Metals by Fusion in Vacuum // Industrial & Engineering Chemistry. – 1926. – Vol. 18, no. 3. – P. 279–282. – DOI: 10.1021/ie50195a017.
9. Apparatus for determining hydrogen in steel : pat. 2,387,878 U.S. / Brown W. D. – Publ. 30.10.1945.
10. Scafe R. M. Determination of Hydrogen in Steel Sampling and Analysis by Vacuum Extraction // Transactions of the American Institute of Mining, Metallurgical and Petroleum Engineers. – 1945. – Vol. 162. – P. 375.
11. Continuously-operating gas-analyzing apparatus : pat. 1,644,951 U.S. / Olof R. – Publ. 11.10.1927.
12. Method of and means for analyzing gases by differential thermal conductivity measurements : pat. 2,042,646 U.S. / Willenborg W. J. – Publ. 2.07.1936.
13. Stewart A. T., Squires G. L. Analysis of ortho-and para-hydrogen mixtures by the thermal conductivity method // Journal of Scientific Instruments. – 1955. – Vol. 32, no. 1. – P. 26.
14. Hydrogen analyzer : pat. 2,671,337 U.S. / Hulsberg H. A. – Publ. 9.03.1954.
15. Single cell thermal conductivity measurements : pat 2,255,551 U.S. / Willenborg W. J. – Publ. 9.09.1941.
16. Nolan D., Pitrun M. Diffusible hydrogen testing in Australia // Welding in the World. – 2004. – Vol. 48, no. 1–2. – P. 14–20. – DOI: 10.1007/BF03266409.
17. New Metrological Support for Measurements of the Concentration of Hydrogen in Solid Samples / L. A. Konopel'ko, A. M. Polyanskiy, V. A. Polyanskiy, Y. A. Yakovlev // Measurement Techniques. – 2018. – Vol. 60, no. 12. – P. 1222–1227. – DOI: 10.1007/s11018-018-1343-3.
18. Methodology of Hydrogen Measurements in Coated Steels / A. W. Hassel, S. V. Merzlikin, A. Mingers, C. Georges, J. Flock, K. Bergers, F. Zwettler. – Luxembourg : Publications Office of the European Union, 2013 – 161 p. – ISBN 978-92-79-29712-0.
19. Application of multichannel diffusion model to analysis of hydrogen measurements in solid / D. Yu. Andronov, D. G. Arseniev, A. M. Polyanskiy, V. A. Polyanskiy, Yu. A. Yakovlev // International Journal of Hydrogen Energy. – 2017. – Vol. 42, no. 1. – P. 699–710. – DOI: 10.1016/2016.10.126.
20. Турбогенераторы: расчет и конструкция / В. В. Титов, Г. М. Хуторецкий, Г. А. Загородная, Г. П. Вартаньян, Д. И. Заславский, И. А. Смотров / под ред. Н. П. Иванова, Р. А. Лютера. – Л. : Энергия, 1967.
21. Abarca A. N. High Precision Flow Compensated Thermal Conductivity Detector for Gas Sensing with Read-out Circuit : master thesis. – Delft, 2015 – 97 p.
22. ГОСТ 21132.1–98. Межгосударственный стандарт. Алюминий и сплавы алюминиевые. Метод определения водорода в твердом металле вакуум-нагревом.
23. Полянский А. М., Полянский В. А., Яковлев Ю. А. Исследование полноты дегазации образцов при анализе содержания водорода в алюминиевых сплавах // Metallurg. – 2011. – № 4. – С. 87–92.
24. Метрологическая база измерений концентрации водорода для дальнейшего развития технологий : доклады международной конференции «Материалы и технологии для Арктики» / Л. А. Конопелько, А. М. Полянский, В. А. Полянский, Ю. А. Яковлев. – Санкт-Петербург :

НИЦ «Курчатовский институт», ЦНИИ КМ «Прометей», 2017. – С. 260–267. – ISBN 978-5-900791-36-4.

25. Purcell J. E., Ettre L. S. Analysis of hydrogen with thermal conductivity detectors // Journal of Chromatographic Science. – 1965. – Vol. 3, no. 2. – P. 69–71. – DOI: 10.1093/3.2.69.

26. Development of Thermal Conductivity Type Hydrogen Sensor / M. Watanabe, R. Inoue, D. Ichikawa, K. Furusaki // ECS Transactions. – 2010. – Vol. 28, no. 20. – P. 31–42. – DOI: 10.1149/1.3489930.

Received: 09.11.2018

Revised: 27.11.2018

Accepted: 30.11.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.051-058

FEATURES OF LOW-TEMPERATURE CRYSTALLIZATION OF Ti_2NiCu AMORPHIZED BY THE METHOD OF SPINNING FROM MELT

A. V. Pushin^{1, 2, a)}, E. S. Belosludtseva^{1, b)}, N. N. Kuranova^{1, 2, c)}, and V. G. Pushin^{1, 2, d)*}

¹M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russian Federation

²Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin,
19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russian Federation

a)  avpushin@rambler.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0001-5626-3801>  belosludtseva@imp.uran.ru;

c)  <https://orcid.org/0000-0002-5330-7909>  kuranova@imp.uran.ru;

d)  <https://orcid.org/0000-0001-7569-0999>  pushin@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: pushin@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620002, Russian Federation

Tel.: +7 (343) 378 35 32; fax: +7 (343) 374 52 44

$\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$ alloy ribbons of different thicknesses have been obtained by rapid quenching from the melt by spinning; the structural and phase transformations during synthesis and subsequent thermal treatment are studied. The investigations are performed by X-ray diffraction, analytical transmission and scanning electron microscopy, electron microdiffraction, including in situ, during heating and cooling in an electron microscope. The features of the initial amorphized structure of the ribbons and the mechanisms of their crystallization during heating are established, as well as the thermokinetic conditions and peculiarities of the formation of ultrafine-grained structure. It has been found that the structural states in the ribbons of both types are significantly different both in the initial amorphized state and after complete crystallization into B2 austenite under heating, as well as after cooling to room temperature resulting in the B2→B19 thermoelastic martensitic transformation.

Keywords: rapid quenching from melt, phase transformations, microstructure, amorphization, shape memory effect.

Acknowledgment

The work was performed on theme No. AAAA-A18-118020190116-6 (Structure) and supported by UB RAS project No. 18-10-2-39.

References

1. Likhachev V.A., Kuzmin S.L., Kamentseva Z.P. *Effect pamyati formy* [Shape Memory Effect]. Leningrad, LGU Publ., 1987, 218 p. (In Russian).
2. *Precision Machinery and Robotics*, vol. 1, ed. H Funakubo, New York, Gordon and Breach Sci. Publ., 1987.
3. Pushin V.G., Kondrat'ev V.V., Khachin V.N. *Predperekhodnye yavleniya i martensitnye prevrashcheniya* [Pretransition Phenomena and Martensitic Transformations]. Yekaterinburg, Izd-vo UrO RAN Publ., 1998, 368 p. (In Russian).

4. Pushin V.G., Prokoshkin S.D., Valiev R.Z. et al., *Splavy nikelida titana s pamyat'yu formy*, Ch. I: Struktura, fazovye prevrashcheniya i svoistva [Titanium Nickelide Alloys with Shape Memory, part I: Structure, Phase Transitions, and Properties]. Yekaterinburg, UrO RAN Publ., 2006, 440 p. (In Russian).
5. Pushin V.G., Volkova S.B., Matveeva N.M. Structural and Phase Transformations in Quasi-binary TiNi–TiCu Alloys Rapidly Quenched from the Melt: I. High-Copper Amorphous Alloys. *Physics of Metals and Metallography*, 1997, vol. 83, no. 3, pp. 275–282.
6. Pushin V.G., Volkova S.B., Matveeva N.M., Yurchenko L.I., Chistyakov A.S. Structural and Phase Transformations in Quasi-Binary TiNi–TiCu Alloys Rapidly Quenched from the Melt: IV. The Microstructure of Crystalline Alloys. *Physics of Metals and Metallography*, 1997, vol. 83, no. 6, pp. 673–678.
7. Pushin A.V., Popov A.A., Pushin V.G. Effect of the deviation of the chemical composition from the stoichiometric composition on the structural and phase transformations and properties of rapidly quenched $\text{Ti}_{50+x}\text{Ni}_{25-x}\text{Cu}_{25}$ alloys. *Physics of Metals and Metallography*, 2012, vol. 113, no. 3, pp. 283–294. DOI: 10.1134/S0031918X12030131.
8. Pushin A.V., Popov A.A., Pushin V.G. Effect of Deviations of Composition from the Quasi-Binary Section TiNi–TiCu on Structural and Phase Transformations in Rapidly Quenched Alloys. *Physics of Metals and Metallography*, 2013, vol. 114, no. 8, pp. 692–702. DOI: 10.1134/S0031918X13060136.
9. Khachin V.N., Pushin V.G., Kondrat'ev V.V. *Nikelid titana: struktura i svoistva* [Titanium Nickelide: Structure and Properties]. Moscow, Nauka Publ., 1992, 160 p. (In Russian).

Подана в журнал: 09.11.2018

УДК 538.91

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.051-058

ОСОБЕННОСТИ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ СПЛАВА Ti_2NiCu АМОРФИЗИРОВАННОГО МЕТОДОМ СПИННИНГОВАНИЯ СТРУИ РАСПЛАВА

А. В. Пушин^{1, 2, а)}, Е. С. Белослудцева^{1, б)}, Н. Н. Куранова^{1, 2, в)}, В. Г. Пушин^{1, 2, г)*}

¹Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,

ул. С. Ковалевской 18, г. Екатеринбург, Российская Федерация

²Уральский федеральный университет, г. Екатеринбург, Российская Федерация

а) ✉ avpushin@rambler.ru;

б)  <https://orcid.org/0000-0001-5626-3801> ✉ belosludtseva@imp.uran.ru;

в)  <https://orcid.org/0000-0002-5330-7909> ✉ kuranova@imp.uran.ru;

г)  <https://orcid.org/0000-0001-7569-0999> ✉ pushin@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: pushin@imp.uran.ru

Адрес для переписки: Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18, 620002, Российская Федерация

Тел.: +7 (343) 378–35–32; факс: +7 (343) 374–52–44

В работе были получены быстрой закалкой из расплава спиннингованием ленты различной толщины сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ и изучены структурно-фазовые превращения в них при синтезе и последующей термической обработке. Исследования были выполнены методами рентгеноструктурного анализа, аналитической просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, микродифракции электронов, в том числе *in situ* при нагреве и охлаждении в колонне микроскопа. Установлены особенности исходной аморфизированной структуры лент, механизмы их кристаллизации при нагреве и термокинетические условия и особенности формирования ультрамелкозернистой структуры. Обнаружено, что структурные состояния в обеих лентах существенно различаются как в исходном аморфизированном состоянии, так и после их полной кристаллизации в В2 аустенит при нагреве, а также и после охлаждения до комнатной температуры, приводящего к термоупругому мартенситному превращению В2→В19.

Ключевые слова: быстрая закалка из расплава, фазовые превращения, микроструктура, аморфизация, эффект памяти формы.

1. Введение

Известно, что легирование третьими компонентами сплавов никелида титана путем замещения атомов никеля или титана, как правило, приводит к резкому снижению критических температур термоупругих мартенситных превращений (ТМП) и даже их полному подавлению вследствие распада исходно пересыщенных твердых растворов, и только небольшое количество химических элементов, образуя твердые растворы на основе той или иной подрешетки В2-сверхструктуры, в частности медь, цирконий, палладий, гафний, платина, золото, оказывают противоположное действие на стабильность В2-аустенита данных сплавов [1–6]. Чрезвычайно перспективными в качестве промышленных материалов являются трехкомпонентные сплавы Ti-Ni-Cu [2, 4]. В них даже при концентрации меди до 25–35 ат. % имеют место ТМП и в достаточно заметной степени проявляются эффекты памяти формы (ЭПФ). Имеется ряд преимуществ данных сплавов на основе Ti-Ni-Cu: относительно слабая зависимость от содержания меди температур ТМП и ЭПФ; небольшая разность температур

начала и конца прямого и обратного ТМП; наконец, удивительная склонность сплавов никелида титана, легированных достаточным количеством меди, к аморфизации при быстрой закалке расплава (БЗР) [1–9]. Однако в подавляющем большинстве известных публикаций исследовали в основном тонкие (толщиной 35–40 мкм) ленты сплава состава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$, которые можно было получить при БЗР в аморфном состоянии, а при последующем отжиге в состоянии поликристаллической В2-фазы, способной к ТМП и ЭПФ. В настоящей работе проведено сравнительное исследование двух типов БЗР сплавов $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$, аморфизированные ленты которых имели толщину 40 и 200 мкм.

2. Материал и методика

Сплав $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ был получен электродуговой плавкой из высокочистых Ti (чистотой 99,8 %), Ni и Cu (99,99 %) в атмосфере очищенного гелия. Для гомогенизации отобранный по химическому составу (с отклонением $x < 0,1$ ат. % от целочисленных значений) сплав подвергали многократным переплавам (не менее трех раз) с последующим длительным отжигом в аргоне при 1073 К после горячей осадки прессом на 3–5 %. Сплавы, быстрозакаленные из расплава (БЗР), синтезировали методом спиннингования струи на быстровращающийся медный барабан при скорости охлаждения $10^6 \cdot K/c$ в виде обычной тонкой ленты толщиной 35–40 мкм и шириной 1.5 мм и толстой ленты толщиной 200 мкм и шириной 10 мм. Структуру и мартенситные превращения изучали с помощью методов рентгеновского фазового и структурного анализа (РФСА) и электронной микроскопии, трансмиссионной (ТЭМ) и сканирующей (СЭМ). Рентгенодифрактометрический анализ $\theta/2\theta$ проводили в медном излучении, монохроматизированном монокристаллом графита. Электронномикроскопические исследования выполняли на трансмиссионных электронных микроскопах *JEM-200 CX* (максимальное ускоряющее напряжение 200 кВ) и *Tecnai G² 30* (максимальное ускоряющее напряжение 300 кВ), сканирующем электронном микроскопе *Quanta 200* (ускоряющее напряжение до 30 кВ), оснащенных системами, позволяющими проводить структурный, элементный и текстурный микроанализы. Электронномикроскопические исследования на просвет (ПЭМ) проводили в режимах светлого и темного полей. Для идентификации фаз был использован метод микродифракции от выбранного участка с использованием стандартных селекторных диафрагм. Были получены электронномикроскопические изображения аморфного, аустенитного и мартенситных состояний, микроэлектроннодифракционные картины этих фаз. Электронно-микроскопические исследования проводили на оборудовании ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН.

3. Результаты и обсуждение

Электронно-микроскопические исследования показали, что тонкие ленты исходно аморфного БЗР сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$, синтезированные спиннингованием со скоростью закалки $10^6 \cdot K/c$, имели типичную аморфную структуру с изолированными сферолитами различного размера (рис. 1 а). Такая структура сохраняется в сплаве вплоть до температур термообработки в интервале 670–700 К. При увеличении температуры в данном интервале происходит заметный рост размеров сферолитов и это означает, что вначале при нагреве реализуется гетерогенный механизм полиморфной кристаллизации сплава (без изменения химического состава по данным СЭМ). В крупных сферолитах при комнатной температуре наблюдали кристаллы В19 мартенсита пакетно-пирамидальной двойниковой морфологии.

Термообработка при 723 К (5 и 10 мин) привела к практически полной кристаллизации в тонкой ленте сплава с образованием полиэдрической ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры, очевидно, уже по гомогенному полиморфному механизму. В данных УМЗ сплавах при охлаждении до комнатной температуры происходило полное ТМП В2→В19 с образованием в зернах однопакетной морфологии двойникового мартенсита (рис. 2 а, б).

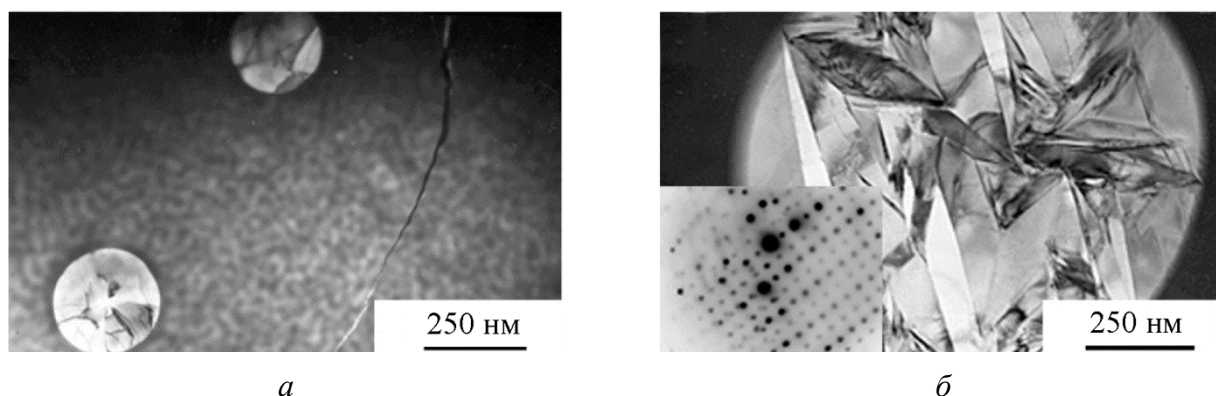


Рис. 1. Светлопольные электронномикроскопические изображения аморфно-кристаллической структуры тонкой ленты БЗР сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ в исходном состоянии (а) и после термообработки при 700 К в течение 5 мин (б). На вставке приведена соответствующая микроэлектронограмма с осью зоны $[100]_{B2}||[100]_{B19}$ одного из сферолитов в состоянии двойникового В19-мартенсита

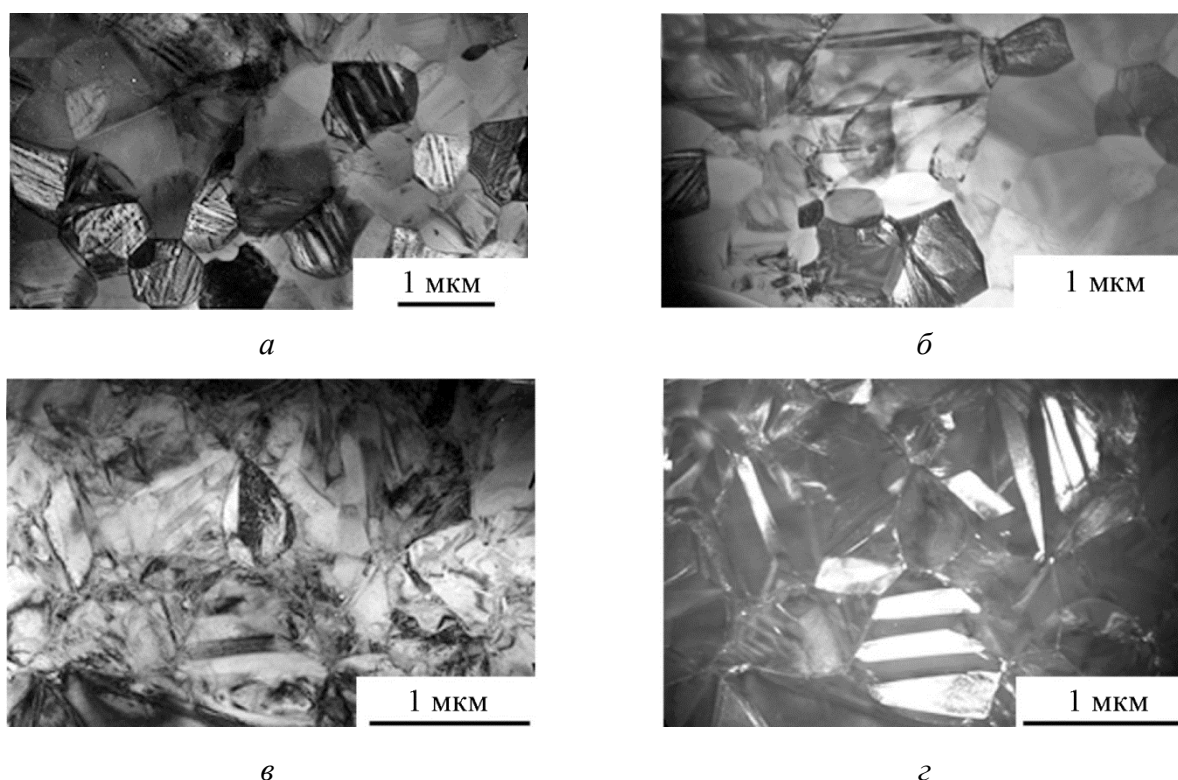


Рис. 2. Светло- (а–в) и темнопольное (г) электронномикроскопические изображения УМЗ структуры тонкой ленты БЗР сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ после термообработки при 723 К в течение 5 мин (а, б) или 10 мин (в, г)

Это было подтверждено рентгенографически. Типичные рентгенограммы сплава в разных состояниях (В2 и В19) представлены на рис. 3.

Электронномикроскопическое исследование при комнатной температуре толстой ленты сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ в исходном состоянии после БЗР показало, что в сплаве сформировалась аморфная структура с большим числом нановключений В2-фазы размером 20–30 нм и более крупных, до 100 нм, которые находились в состоянии В19-мартенсита, что было установлено по результатам расшифровки микроэлектронограмм (рис. 4 а, б). Последующая термообработка при 723 К в течение 10 мин обеспечила полную кристаллизацию в толстой

ленте сплава с бимодальным размерным распределением смеси образовавшихся нано- и суб-микрокристаллических В2 фаз (рис. 5 а, б). При охлаждении до комнатной температуры более крупные зерна испытали ТМП В2→В19.

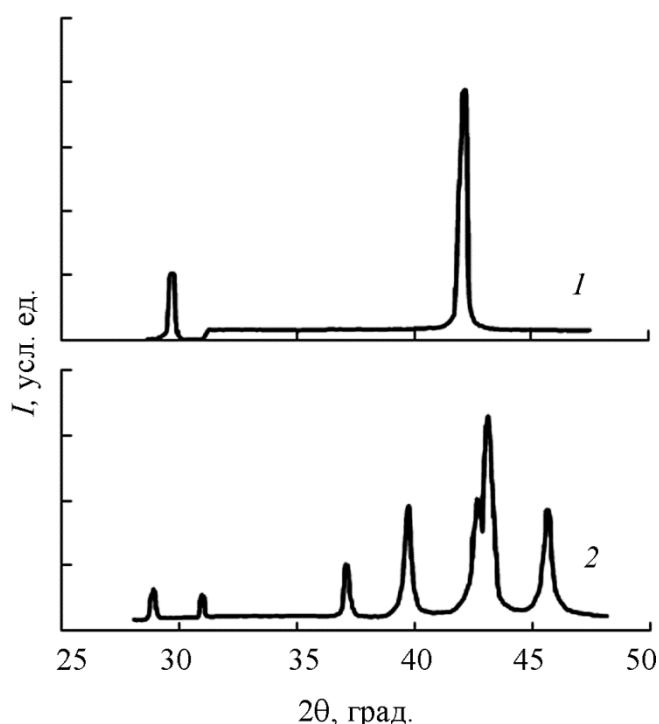


Рис. 3. Фрагменты типичных рентгенограмм сплава $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$ в состоянии В2 (кривая 1, съемка при 370 К) и В19 (кривая 2, съемка при комнатной температуре)

Термообработка при более высокой температуре (823 К в течение 10 мин) привела к кристаллизации сплава (рис. 5 в) с образованием смеси грубозернистой и ультрамелкозернистой структуры с выделением в крупных зернах В2 аустенита тонких пластин фазы В11-ТiСu, о чем свидетельствует наличие рефлексов типа 001_{В11} и тяжелой диффузного рассеяния (рис. 5 з). При охлаждении до комнатной температуры в таких более крупных зернах при ТМП В2→В19 образовался мартенсит пакетной морфологии (область А на рис. 5 в). Сплав в УМЗ областях испытал распад при термообработке с выделением дисперсных равноосных частиц фазы В11-ТiСu, а при охлаждении до комнатной температуры в нем также произошло ТМП В2→В19 (рис. 5 в, область Б).

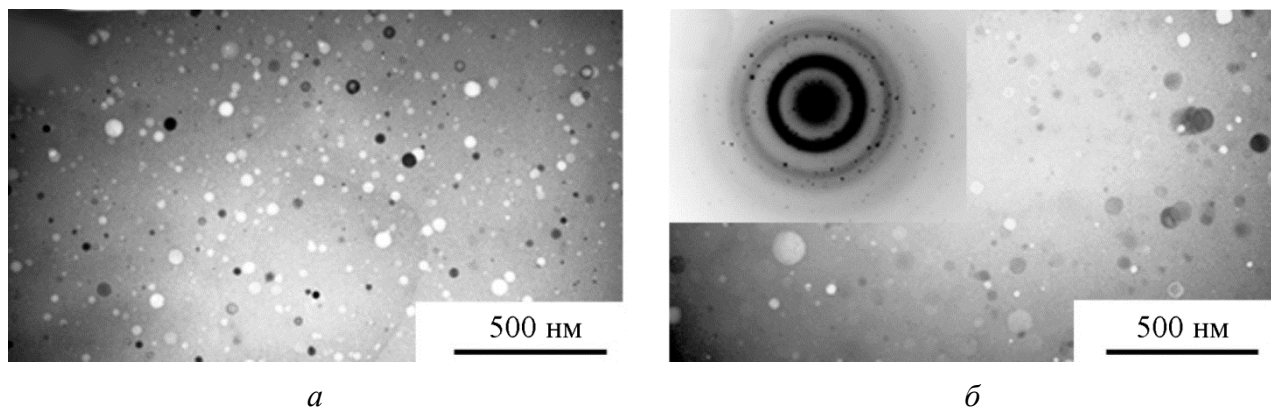


Рис. 4. Светлопольные электронномикроскопические изображения (а, б) и соответствующая микроэлектронограмма (на вставке) аморфно-нанокристаллической толстой ленты БЗР сплава $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$ в исходном состоянии

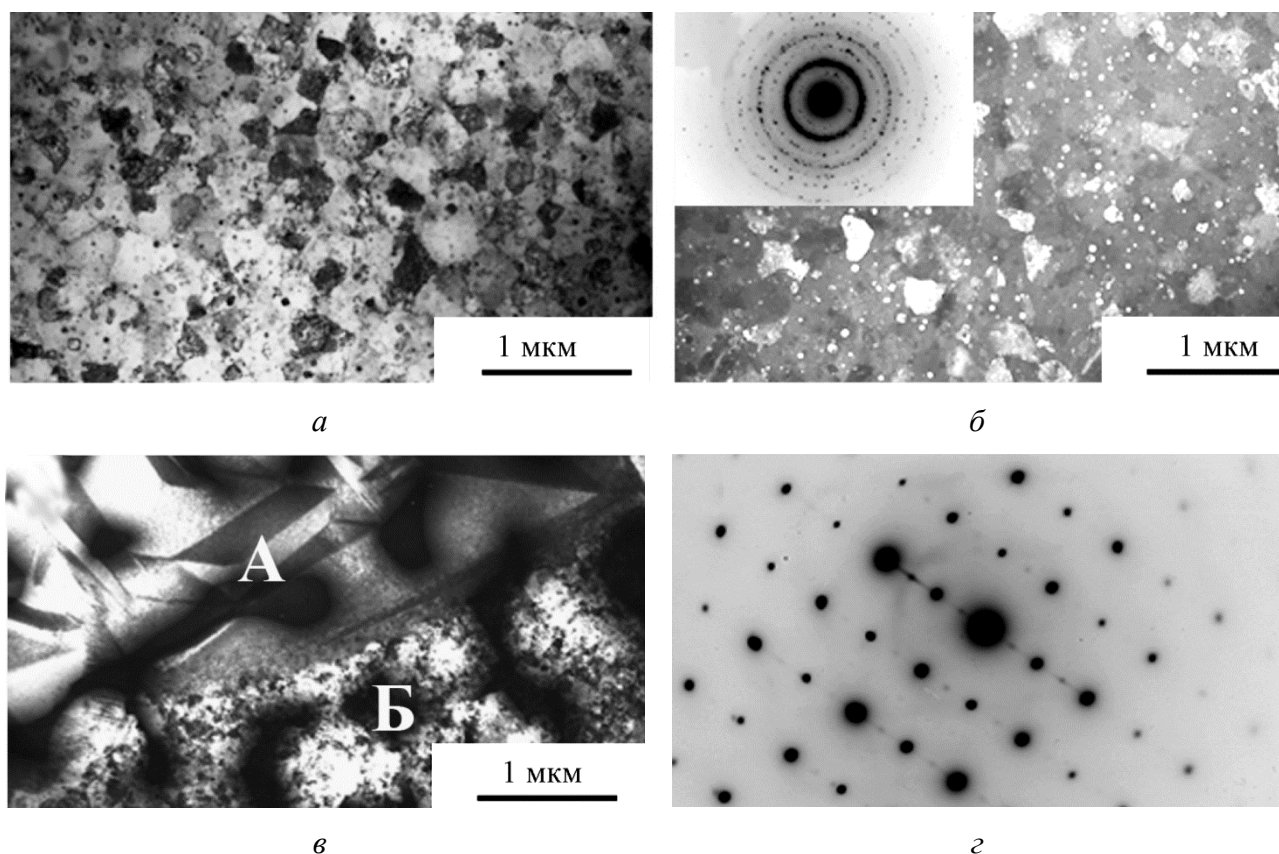


Рис. 5. Светло- (а, в) и темнопольное (б) электронномикроскопические изображения и микроэлектронogramмы (б, г) толстой ленты БЗР сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ после термообработки при 723 К в течение 10 мин (а, б) и 823 К в течение 10 мин (в, г)

4. Заключение

Таким образом, в работе выполнено сравнительное рентгенофазовое и электронномикроскопическое исследование лент БЗР-сплава $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$. Установлено, что исходное состояние аморфизированных лент различается: в тонких лентах наблюдаются только отдельные сравнительно крупные сферолиты, а в толстых, напротив, присутствуют в большом количестве высокодисперсные округлые кристаллы, более крупные из которых, как и в тонкой ленте, испытывают при охлаждении до комнатной температуры ТМП $B2 \rightarrow B19$. Существенно различаются и поликристаллические состояния в обеих лентах после их полной кристаллизации в $B2$ аустенит при нагреве, а также и после охлаждения до комнатной температуры, приводящей к ТМП $B2 \rightarrow B19$. Ленты сплава толщиной 40 μm после завершения процесса кристаллизации имели УМЗ-структуру с одномодальным распределением по размерам. В ленте толщиной 200 μm уже при БЗР произошло образование дисперсных зерен по механизму первичной нанокристаллизации, после завершения, которой при термообработке сформировалось бимодальное распределение зерен вследствие распада с образованием частиц избыточной фазы $B11-TiCu$.

Благодарность

Работа выполнена по теме структура № АААА-А18-118020190116-6 и при поддержке проекта УрО РАН № 18-10-2-39.

Литература

1. Лихачев В. А., Кузьмин С. Л., Каменцева З. П. Эффект памяти формы. – Ленинград : ЛГУ, 1987. – 218 с.
2. Сплавы с эффектом памяти формы / К. Ооцука, К. Симидзу, Ю. Судзуки, Ю. Сэкигүти, Ц. Тадаки, Т. Хомма, С. Миядзаки / пер. с японск. – М. : Металлургия, 1990. – 224 с.
3. Пушин В. Г., Кондратьев В. В., Хачин В. Н. Предпереходные явления и мартенситные превращения. – Екатеринбург : УрО РАН, 1998. – 368 с.
4. Сплавы никелида титана с памятью формы. Ч. I. Структура, фазовые превращения и свойства / В. Г. Пушин, С. Д. Прокошкин, Р. З. Валиев, В. Браиловский, Э. З. Валиев, А. Е. Волков, А. М. Глезер, С. В. Добаткин, В. Ф. Дударев, Ю. Т. Жу, Ю. Г. Зайнулин, Ю. Р. Колобов, В. В. Кондратьев, А. В. Королев, А. И. Коршунов, Н. И. Коуров, Н. В. Кудреватых, А. И. Лотков, Л. Л. Мейснер, А. А. Попов, Н. Н. Попов, А. И. Разов, М. А. Хусаинов, Ю. И. Чумляков, С. В. Андреев, А. А. Батулин, С. П. Беляев, В. Н. Гришков, Д. В. Гундеров, А. П. Дюпин, К. В. Иванов, В. И. Итин, М. К. Касымов, О. А. Кашин, И. В. Киреева, А. И. Козлов, Т. Э. Кунцевич, Н. Н. Куранова, Н. Ю. Пушина, Е. П. Рыклина, А. Н. Уксусников, И. Ю. Хмелевская, А. В. Шеляков, В. Я. Шкловер, Е. В. Шорохов, Л. И. Юрченко. – Екатеринбург : УрО РАН, 2006. – 440 с.
5. Pushin V. G., Volkova S. B., Matveeva N. M. Structural and Phase Transformations in Quasi-binary TiNi–TiCu Alloys Rapidly Quenched from the Melt: I. High-Copper Amorphous Alloys // Physics of Metals and Metallography. – 1997. – Vol. 83, no. 3. – P. 275–282.
6. Structural and Phase Transformations in Quasi-Binary TiNi–TiCu Alloys Rapidly Quenched from the Melt: IV. The Microstructure of Crystalline Alloys / V. G. Pushin, S. B. Volkova, N. M. Matveeva, L. I. Yurchenko, A. S. Chistyakov // Physics of Metals and Metallography. – 1997. – Vol. 83, no. 6. – P. 673–678.
7. Pushin A. V., Popov A. A., Pushin V. G. Effect of the deviation of the chemical composition from the stoichiometric composition on the structural and phase transformations and properties of rapidly quenched $Ti_{50+x}Ni_{25-x}Cu_{25}$ alloys // Physics of Metals and Metallography. – 2012. – Vol. 113, no. 3. – P. 283–294. – DOI: 10.1134/S0031918X12030131.
8. Pushin A. V., Popov A. A., Pushin V. G. Effect of Deviations of Composition from the Quasi-Binary Section TiNi–TiCu on Structural and Phase Transformations in Rapidly Quenched Alloys // Physics of Metals and Metallography. – 2013. – Vol. 114, no. 8. – P. 692–702. – DOI: 10.1134/S0031918X13060136.
9. Хачин В. Н., Пушин В. Г., Кондратьев В. В. Никелид титана: Структура и свойства. – М. : Наука, 1992. – 160 с.

Received: 18.06.2018
Revised: 07.09.2018
Accepted: 19.10.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.059-082

INFLUENCE OF DIFFUSION MODELS ON CHEMICAL REACTION FRONT KINETICS

P. M. Grigoreva^{a)*} and E. N. Vilchevskaya^{b)}

*Institute for Problems in Mechanical Engineering, RAS,
61 Bolshoy Ave., V.O., St. Petersburg, 199178, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0001-9846-7888>  polina.grigoreva239@gmail.com;
^{b)}  <https://orcid.org/0000-0002-5173-3218>  vilchevska@gmail.com

*Corresponding author. E-mail: polina.grigoreva239@gmail.com
Address for correspondence: V.O., Bolshoy pr., 61, 199178, St. Petersburg, Russian Federation
Tel.: +7 (812) 321 47 78; fax: +7 (812) 321 47 71

A linear-elastic body is considered, in which a chemical reaction localized at the front is maintained, supported by the diffusion of the gaseous component through the layer of the newly-formed material. The comparative influence of mechanical stresses on the kinetics of the chemical reaction front is studied by taking into account the contribution of stresses to the surface reaction rate through the chemical affinity tensor and to the diffusion process through various stress dependences of the diffusion coefficient. As an example, the propagation of the centrally symmetric and axisymmetric reaction fronts in various boundary-value problems is considered with the use of different diffusion models.

Keywords: mechanochemistry, tensodiffusion, non-equilibrium thermodynamics.

Acknowledgment

The research was supported by the Russian Scientific Foundation, project No. 18-19-00160.

References

1. Kao Dah-Bin, McVittie J.P., Nix W.D., Saraswat K.C. Two-dimensional silicon oxidation experiments and theory. In: *1985 International Electron Devices Meeting*, IEEE, 1985, pp. 388–391. DOI: 10.1109/iedm.1985.190982.
2. Kao Dah-Bin, McVittie J.P., Nix W.D., Saraswat K.C. Two-dimensional thermal oxidation of silicon—I. Experiments. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 1987, vol. 34, iss. 5, pp. 1008–1017. DOI: 10.1109/T-ED.1987.23037.
3. Sutardja P., Oldham W.G. Modeling of stress effects in silicon oxidation. *IEEE Transactions on Electron Devices*, 1989, vol. 36, no. 11, pp. 2415–2421. DOI: 10.1109/16.43661.
4. Paul Aloke, Laurila Tomi, Vuorinen Vesa, Divinski Sergiy V.I. *Thermodynamics, diffusion and the Kirkendall effect in solids*, Springer, 2014. DOI: 10.1007/978-3-319-07461-0.
5. Cui Z., Gao F., Qu J. Interface-reaction controlled diffusion in binary solids with applications to lithiation of silicon in lithium-ion batteries. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2013, vol. 61, no. 2, pp. 293–310. DOI: 10.1016/j.jmps.2012.11.001.
6. Knyazeva A.G. Model of medium with diffusion and internal surfaces and some applied problems. *Mater. Phys. Mech.*, 2004, vol. 7, no. 1, pp. 29–36.
7. Knyazeva A.G. Cross effects in solid media with diffusion. *Journal of Applied Mechanics and Technical Physics*, 2003, vol. 44, no. 3, pp. 373–384. DOI: 10.1023/A:1023485224031.

8. Toribio J., Kharin V., Lorenzo M., Vergara D. Role of drawing-induced residual stresses and strains in the hydrogen embrittlement susceptibility of prestressing steels. *Corrosion Science*, 2011, vol. 53, no. 10, pp. 3346–3355. DOI: 10.1016/j.corsci.2011.06.012.
9. Cui Z., Gao F., Qu J. A finite deformation stress-dependent chemical potential and its applications to lithium ion batteries. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2012, vol. 60, no. 7, pp. 1280–1295. DOI: 10.1016/j.jmps.2012.03.008.
10. Freidin A.B. Chemical affinity tensor and stress-assist chemical reactions front propagation in solids. In: *ASME 2013 International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, American Society of Mechanical Engineers, 2013, pp. V009T10A102-V009T10A102.
11. Freidin A.B. On the chemical affinity tensor for chemical reactions in deformable materials. *Mechanics of Solids*, 2015, vol. 50, no. 3, pp. 260–285. DOI: 10.3103/S0025654415030048.
12. Freidin Alexander B., Korolev Igor K., Aleshchenko Sergey P., Vilchevskaya Elena N. Chemical affinity tensor and chemical reaction front propagation: theory and FE-simulations. *International Journal of Fracture*, 2016, vol. 202, no. 2, pp. 245–259. DOI: 10.1007/s10704-016-0155-1.
13. Freidin A.B., Vilchevskaya E.N., Korolev I.K. Stress-assist chemical reactions front propagation in deformable solids. *International Journal of Engineering Science*, 2014, vol. 83, pp. 57–75. DOI: 10.1016/j.ijengsci.2014.03.008.
14. Freidin A., Morozov N., Petrenko S., Vilchevskaya E. Chemical reactions in spherically symmetric problems of mechanochemistry. *Acta Mechanica*, 2016, vol. 227, no. 1, pp. 43–56. DOI: 10.1007/s00707-015-1423-2.
15. Glansdorff P., Prigogine I. Thermodynamic theory of structure, stability and fluctuations. *American Journal of Physics*, 1973, vol. 41, no. 1, pp. 147–148.
16. Grinfel'd M.J., ed. Thermodynamic Methods in the Theory of Heterogeneous Systems, Longman Scientific and Technical, 1991.
17. Kao Dah-Bin, McVittie J.P., Nix W.D., Saraswat K.C. Two-dimensional thermal oxidation of silicon. II. Modeling stress effects in wet oxides. *IEEE transactions on electron devices*, 1988, vol. 35, no. 1, pp. 25–37. DOI: 10.1109/16.2412.
18. Loeffel K., Anand L. A chemo-thermo-mechanically coupled theory for elastic-viscoplastic deformation, diffusion, and volumetric swelling due to a chemical reaction. *International Journal of Plasticity*, 2011, vol. 27, no. 9, pp. 1409–1431. DOI: 10.1016/j.ijplas.2011.04.001.
19. Yen J.Y., Hwu J.G. Stress effect on the kinetics of silicon thermal oxidation. *Journal of Applied Physics*, 2001, vol. 89, no. 5, pp. 3027–3032. DOI: 10.1063/1.1342801.
20. Indeitsev D., Mochalova Y. Mechanics of multi-component media with exchange of mass and non-classical supplies. In: *Dynamics of Mechanical Systems with Variable Mass*, 2014, pp. 165–194.
21. Deal B.E., Grove A.S. General relationship for the thermal oxidation of silicon. *Journal of Applied Physics*, 1965, vol. 36, no. 12, pp. 3770–3778.
22. Delph T.J. Intrinsic strain in SiO₂ thin films. *Journal of Applied Physics*, 1998, vol. 83, no. 2, pp. 786–792. DOI: 10.1063/1.366759.
23. Lin M.T. *Stress Effects and Oxidant Diffusion in the Planar Oxidation*. Thesis and Dissertation, Lehigh University, 1999.
24. Vilchevskaya E.N., Freidin A.B., Morozov N.F. Kinetics of the chemical reaction front in centrally symmetric problems of mechanochemistry. *Doklady Physics*, 2015, vol. 60, iss. 4, pp. 175–179. DOI: 10.1134/S1028335815040072.
25. Vilchevskaya E.N., Freidin A.B. On kinetics of chemical reaction fronts in elastic solids. In: *Surface Effects in Solid Mechanics*, Springer, Berlin, Heidelberg, 2013, pp. 181–194.

Подана в журнал: 18.06.2018
УДК 539.3, 544
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.059-082

ВЛИЯНИЕ ВЫБОРА МОДЕЛИ ДИФФУЗИИ НА КИНЕТИКУ ХИМИЧЕСКОЙ РЕАКЦИИ

П. М. Григорьева^{а)*}, Е. Н. Вильчевская^{б)}

*Федеральное Государственное Бюджетное Учреждение Науки
Институт Проблем Машиностроения Российской Академии Наук (ИПМаш РАН),
Большой проспект В. О., 61, 199178, Санкт Петербург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-9846-7888>  polina.grigoreva239@gmail.com;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-5173-3218>  vilchevska@gmail.com

* Ответственный автор. Электронная почта: polina.grigoreva239@gmail.com
Адрес для переписки: Большой проспект В. О., 61, 199178, Санкт-Петербург, Российская Федерация
Тел.: +7 (812) 321–47–78; факс: +7 (812) 321–47–71

Рассматривается линейно-упругое тело, в котором протекает локализованная на фронте химическая реакция, поддерживаемая диффузией газообразной компоненты через слой образующегося материала. Исследуется сравнительное влияние механических напряжений на кинетику фронта химической реакции посредством учета вклада напряжений в скорость поверхностной реакции через тензор химического сродства и в диффузионный процесс через различные зависимости коэффициента диффузии от напряжений. В качестве примера рассматривается распространение центрально-симметричного и осесимметричного фронтов реакции в различных краевых задачах при использовании разных моделей диффузии.

Ключевые слова: механохимия, тензодиффузия, неравновесная термодинамика.

1. Введение

Взаимосвязи между химическими реакциями и механическими напряжениями, возникающими в деформируемых твердых телах, представляют интерес как для фундаментальной науки, так и для инженерных приложений. В этой статье рассматривается влияние механических напряжений на кинетику химической реакции между твердой и газообразной компонентами:



где B_- и B_+ – твердые компоненты; B_* – газовая компонента; n_- , n_+ , n_* – стехиометрические коэффициенты. Полагаем, что реакция локализована на фронте реакции Γ , которая разделяет области, занятые исходными и трансформированными материалами. Реакция поддерживается диффузией газовой компоненты B_* извне к поверхности химической реакции сквозь образовавшийся материал. Таким образом, реакция включает два процесса – объемную диффузию газа через трансформированный материал и саму химическую реакцию. Оба процесса могут зависеть от механических напряжений. Влияние внешних и внутренних напряжений на кинетику фронта реакции было исследовано многими учеными, которые впоследствии представили различные модели. Например, Као [1, 2] начал моделировать напряжения в цилиндрических структурах и постулировал связь между скоростью реакции и компонентой радиального напряжения. Через год Сутарья и Олдхэм [3] представили более конкретную

модель: они эмпирически связали нормальные напряжения σ_{nn} и давление p с двумя величинами, параметром скорости поверхностной реакции k_* и коэффициентом диффузии D в рамках экспоненциального подхода Больцмана, а именно:

$$k_* = k_0(T) \exp\left(\frac{\sigma_{nn} V_k}{kT}\right), \quad D = D_0(T) \exp\left(-\frac{p V_d}{kT}\right), \quad (2)$$

где k_0 и D_0 – зависящие от температуры параметр скорости поверхностной реакции и коэффициент диффузии; k – постоянная Больцмана; T – абсолютная температура; V_k , V_d – подгоночные коэффициенты, имеющие размерность объема. Отметим, что данные зависимости параметров от напряжений были введены эвристически. Выбор параметров моделей был основан на корректировке теоретических результатов и экспериментальных данных по кинетике окисления.

Влияние механических напряжений на процесс диффузии также учитывалось через введение в уравнение диффузии дополнительных членов, зависящих от напряжений [4–8]. Эти дополнительные члены обычно зависят от изменения объема или жесткости твердого материала, либо от концентрации газа [9, 5]. Иной подход для учета влияния напряженно-деформированного состояния на фронте химической реакции на скорость распространения фронта был представлен недавно в рамках теории рациональной механики сплошных сред [10–14]. Он основан на рациональном выводе выражения для тензора химического сродства, что позволило естественным образом получить зависимость скорости распространения от напряжений.

В данной работе исследуется сравнительное влияние напряжений на кинетику фронта химической реакции посредством учета вклада напряжений в тензор химического сродства и коэффициент диффузии. В рамках первого подхода напряжения влияют на распространение фронта химической реакции, так как они появляются в выражении для химического сродства и в соответствующем кинетическом уравнении, которое связывает химическое сродство с скоростью реакции. Второй подход сводит задачу распространения фронта химической реакции под напряжением к задаче диффузии с правильным выбором диффузионной модели и зависимыми от напряжения параметрами модели. Поскольку выражение для тензора химического сродства было получено в предположении, что трансформированный материал выступает в качестве жесткого каркаса для диффундирующего газового компонента и газ дополнительных деформаций скелета не вызывает, мы не будем рассматривать дополнительные члены в уравнении диффузии и сосредоточимся только на зависимости коэффициента диффузии от напряжений.

Обычно в моделях зависимой от напряжений диффузии используется скалярная характеристика тензора напряжений. Эта характеристика может быть определена по-разному, например, как давление, как нормальное напряжение, как интенсивность сдвиговых напряжений и др. В настоящей работе предложена связь коэффициента диффузии с тензором напряжений деформации материала, через который происходит диффузия, что приводит к модели тензорной диффузии.

Используя модель химического сродства вкупе с разными диффузионными моделями, исследуем кинетику распространения фронта химической реакции в различных краевых задачах. Распространение химической реакции при постоянном коэффициенте диффузии сравнивается с результатами, полученными при использовании эмпирического коэффициента диффузии и введенного коэффициента тензодиффузии, что позволяет исследовать, как учет зависимости диффузии от напряжений влияет на распространение фронта химической реакции, и оценить диапазон внешних нагрузок, для которых зависимостью коэффициента диффузии от напряжений можно пренебречь и считать его постоянным.

2. Постановка задачи и методы решения

2.1. Химическое сродство и кинетика химической реакции

В классической химии скорость реакции определяется химическим сродством реакции, которое является комбинацией химических потенциалов, участвующих в химической реакции компонент:

$$A = -\sum n_k M_k \mu_k, \quad (3)$$

где μ_k – относительный (на единицу массы) химический потенциал k -й компоненты; M_k – молярная масса, стехиометрический коэффициент n_k входит в сумму со знаком «+», если k -я компонента производится в результате реакции, и со знаком «–», если расходуется. Химическое сродство широко используется в термодинамической теории химических реакций. В частности, в [16] было предложено следующее кинетическое уравнение для скорости химической реакции в зависимости от химического сродства:

$$\omega = k_* c \left\{ 1 - \exp \left(-\frac{A}{RT} \right) \right\}. \quad (4)$$

Здесь ω – скорость химической реакции; k_* – кинетическая константа (параметр реакции); $R = 8,31$ – универсальная газовая постоянная; T – температура; c – молярная концентрация газовой компоненты реакции.

В случае химических реакций в газах и жидкостях, где напряжения определяются скалярной величиной – давлением, химический потенциал также является скалярной величиной. В случае твердых реагирующих компонент химический потенциал становится тензором. В результате изучения фазового равновесия было показано [10], что тензор химического потенциала для твердой компоненты определяется тензором энергии-импульса Эшелби. В работе [12] выражение для тензора химического сродства было получено как результат анализа уравнений баланса массы, импульса и энергии, а также неравенства энтропии, которое было записано для химической реакции между газовой и твердыми компонентами произвольной реологии. А именно, в диссипативном неравенстве для химической реакции было показано, что скорость реакции на ориентированной площадке с нормалью $\mathbf{n}$ сопряжена с нормальной компонентой $A_{nn} = \mathbf{n} \cdot \mathbf{A} \cdot \mathbf{n}$ тензора $\mathbf{A}$, который и приняли за тензор химического сродства.

В работе [13] нормальная компонента тензора химического сродства в случае линейно-упругих твердых компонент и идеального газа может быть рассчитана следующим образом:

$$A_{nn} = \frac{n_- M_-}{\rho_-} \left[\gamma(T) + \frac{1}{2} \sigma_- : \varepsilon_- - \frac{1}{2} \sigma_+ : (\varepsilon_+ - \varepsilon_{ch}) + \frac{1}{2} \sigma_+ : (\varepsilon_+ - \varepsilon_-) \right] + n_* RT \ln \frac{c(T)}{c_*}, \quad (5)$$

где M_- и ρ_- – молярная масса и плотность твердой компоненты B_- ; $\sigma_- = C_- : \varepsilon_-$ и $\sigma_+ = C_+ : (\varepsilon_+ - \varepsilon_{ch})$ – тензоры напряжений Коши; $C_{\pm}$ – тензоры упругих модулей твердых компонент; $\varepsilon_{\pm}$ – тензоры деформации; $c(T)$ – концентрация газовой компоненты на фронте химической реакции; c_* – любая отсчетная концентрация газовой компоненты, в данной работе за нее принята растворимость газовой компоненты в сформировавшемся материале B_+ ; ε_{ch} – тензор деформации химических превращений. Параметр $\gamma(T)$ соответствует отсчетно-

му уровню химических энергий при нулевых напряжениях и заданной температуре. Если температура T задана, то $\gamma(T)$ является параметром модели.

Замена скалярного химического сродства нормальной компонентой тензора химического сродства в (4) и учет баланса массы на фронте химической реакции $\rho_- V = n_- M_- \omega$ позволяют получить следующее выражение для нормальной компоненты скорости фронта химической реакции:

$$V = \frac{n_- M_-}{\rho_-} \omega \left\{ 1 - \exp \left(-\frac{A_{nn}}{RT} \right) \right\}. \quad (6)$$

Таким образом, фронт химической реакции продвигается, только если $A_{nn} > 0$. В случае, когда $A_{nn} = 0$, фронт химической реакции неподвижен, что соответствует случаю химического равновесия, когда скорости прямой и обратной химической реакции совпадают. Таким образом, уравнение $A_{nn} = 0$ определяет равновесную концентрацию газовой компоненты $B_*(c_{eq})$ на фронте реакции в зависимости от параметров материала и напряженно-деформированного состояния на фронте реакции:

$$\frac{n_- M_-}{\rho_-} \left(\gamma(T) + \frac{1}{2} \sigma_- : \varepsilon_- - \frac{1}{2} \sigma_+ : (\varepsilon_+ - \varepsilon_{ch}) + \sigma_+ : (\varepsilon_+ - \varepsilon_-) \right) + n_* RT \ln \frac{c_{eq}}{c_*} = 0. \quad (7)$$

Ввод равновесной концентрации позволяет переписать формулу для скорости фронта химической реакции вблизи равновесия в следующем виде:

$$V = \frac{n_- M_-}{\rho_-} k_* c(\Gamma) \left(1 - \left(\frac{c_{eq}}{c(\Gamma)} \right)^{n_*} \right). \quad (8)$$

Таким образом, процедура определения кинетики фронта химической реакции сводится к следующему: концентрация газовой компоненты на фронте реакции $c(\Gamma)$ и равновесная концентрация c_{eq} определяются из решения диффузионной задачи и уравнения (7) соответственно, после чего найденные значения подставляем в формулу для нахождения скорости фронта химической реакции (8). В итоге, интегрируя выражение для скорости фронта химической реакции по времени, находим зависимость положения фронта химической реакции от времени.

2.2. Задача диффузии

Концентрация газа на фронте реакции и внутри трансформированного материала будем определять согласно уравнению диффузии. Самой простой моделью диффузии является закон Фика:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \nabla \cdot (D \nabla c), \quad (9)$$

где D – коэффициент диффузии. Мы предполагаем, что диффузионный процесс является стационарным, потому что он протекает намного быстрее, чем процесс распространения фронта химической реакции. Тогда это уравнение примет вид:

$$\nabla \cdot (D \nabla c) = 0. \quad (10)$$

Граничными условиями являются:

$$D \frac{\partial c}{\partial n} + \alpha(c_* - c) = 0 \text{ на } \Omega, \quad D \frac{\partial c}{\partial n} + n_* k_* c \left(1 - \left(\frac{c_{eq}}{c} \right)^{n_*} \right) = 0 \text{ на } \Gamma \quad (11)$$

Первое условие следует из непрерывности потока массы на внешней поверхности тела Ω . Здесь n – внешняя нормаль по отношению к области B_+ ; α – поверхностная скорость переноса массы в B_+ . При $\alpha \gg D$ первое условие сводится к $c = c_*$ и становится условием заданной концентрации на внешней границе тела. Второе условие следует из баланса массы на фронте реакции Γ . Оно означает, что весь диффузионный поток потребляется химической реакцией.

В дальнейшем будут рассмотрены три различные модели диффузии. В первой используется постоянный коэффициент диффузии. Вторая основана на широко используемой зависимости коэффициента диффузии от давления ([17–19]):

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{pV_d}{kT}\right); \quad p = -\frac{1}{3}(\sigma_{11}^+ + \sigma_{22}^+ + \sigma_{33}^+). \quad (12)$$

Как упоминалось выше, это выражение носит феноменологический характер и основано на интуитивной оценке экспериментальных данных [3].

Чтобы отчетливее представлять, как напряженно-деформированное состояние твердого материала влияет на коэффициент диффузии, рассмотрим двухкомпонентную систему, состоящую из твердой и газообразной компоненты. Для простоты рассмотрим стационарную одномерную диффузию, т. е. плотность газовой составляющей и скорости зависят только от координаты оси, вдоль которой протекает диффузия: $\rho_g = \rho_g(x_1)$; $du_g/dt = V_g(x_1)$; $du_s/dt = V_s(x_1)$, где u_s , V_s и u_g , V_g – смещения и скорости твердых и газовых компонент соответственно, и предположим, что твердое тело является изотропным линейным упругим материалом. Тогда уравнения баланса количества движения для газообразной и твердой компонент и баланс массы для газовой компоненты будут иметь вид:

$$\begin{cases} \frac{E_+(1-\nu_+)}{(1+\nu_+)(1-2\nu_+)} \frac{d^2 u_s}{dx_1^2} + f_{sg} = 0, \\ \frac{dp_g}{dx_1} - f_{sg} = 0, \\ \frac{d(\rho_g V_g)}{dx_1} = 0. \end{cases} \quad (13)$$

Здесь E_+ и ν_+ – модуль Юнга и коэффициент Пуассона твердой компоненты; $f_{sg} = \rho_g a (V_s - V_g)$ – вязкая сила взаимодействия между газовой и твердой компонентами; a – параметр вязкого трения, который может зависеть от напряженно-деформированного состояния системы.

Предположим, что газовая компонента представлена уравнением состояния идеального газа: $p_g = \frac{RT}{M_g} \rho_g$. Тогда решение системы (13) имеет следующий вид:

$u_s = c_1 \exp(-c_2 x_1) + c_3 x_1 + \frac{RT}{M_g a} c_2 t + c_4$, где c_1, c_2, c_3, c_4 – константы интегрирования. Откуда следует, что диффузионный поток, определяющийся соотношением $j = \rho_g (V_s - V_g)$, равен $j = \frac{1}{a} \frac{E_+(1-\nu_+)}{(1+\nu_+)(1-2\nu_+)} c_1 c_2^2 \exp(-c_2 x_1)$. Учитывая, что концентрация газа равна $c = \rho_g / M_g$, можно заметить, что диффузионный поток пропорционален градиенту концентрации $\left(j = \frac{RT}{a} \frac{dc}{dx_1} \right)$, что приводит к закону Фика, в котором коэффициентом диффузии является $\frac{RT}{a}$. Таким образом, в рамках рассмотренной модели напряженно-деформированное состояние твердой компоненты может влиять на диффузию только через параметр a . Схожие результаты были получены в [20].

В большинстве случаев диффузия является объемной, и в этом случае диффузионный поток движется в пространстве между узлами решетки твердого тела. Параметр a определяет, как легко молекулы газа могут диффундировать, и, следовательно, зависит от пространства между узлами решетки. Для того, чтобы рассмотреть зависимость диффузии от механических нагрузок, примем, что параметр a находится в обратной зависимости от деформаций, происходящих в плоскости, перпендикулярной диффузионному потоку. Другими словами, мы считаем, что деформации вдоль направления диффузионного потока (ϵ_{11}) не влияют на диффузию. Тогда коэффициент диффузии в направлении x_1 выглядит следующим образом:

$$D = D_0 (1 + \beta (\epsilon_{22} + \epsilon_{33})), \quad (14)$$

где β – постоянный параметр.

Следовательно, в трехмерном случае мы приходим к модели тензорной диффузии, в которой коэффициент диффузии имеет различное значение в разных направлениях:

$$D = D_0 \begin{bmatrix} 1 + \beta_1 (\epsilon_{22} + \epsilon_{33}) & 0 & 0 \\ 0 & 1 + \beta_2 (\epsilon_{11} + \epsilon_{33}) & 0 \\ 0 & 0 & 1 + \beta_3 (\epsilon_{22} + \epsilon_{11}) \end{bmatrix}. \quad (15)$$

Для того чтобы сравнить кинетику фронта химической реакции с коэффициентами диффузии, заданными по формулам (12) и (15), нужно оценить параметр β . Разложив в ряд коэффициент диффузии (12), переписав его через деформации при помощи закона Гука и сравнив результат с коэффициентом диффузии (15), мы увидим, что эти два подхода согласуются, если параметр β равен $\beta_* = \frac{V_d E_+}{(1-2\nu_+) T k}$.

Обратим внимание, что в целом эти два подхода дают разные результаты. Например, в случае одноосного растяжения в направлении диффузионного потока феноменологический подход (12) приводит к увеличению скорости диффузии, а тензорная диффузия (15) приведет к замедлению диффузии, поскольку межмолекулярное пространство в плоскости, перпендикулярной диффузионному потоку, уменьшится из-за эффекта Пуассона.

2.3. Аналитическое решение некоторых краевых задач

2.3.1. Центральнo-симметричное тело

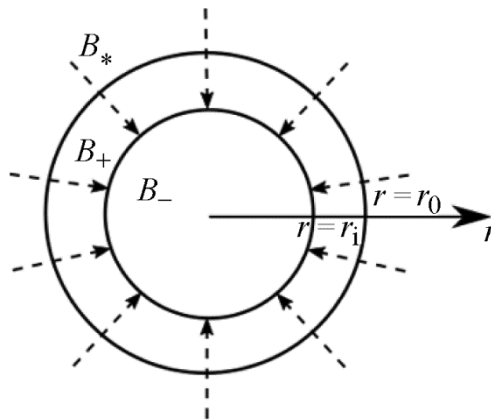


Рис. 1. Центральнo-симметричное тело

Рассмотрим тело со сферической симметрией $r \in [0, r_0]$, в котором химическая реакция распространяется с поверхности тела противоположно направлению оси r и локализована на сферической поверхности с координатами $r = r_1$ (рис. 1). Тензор химических превращений – изотропный $\varepsilon_h = \varepsilon_{ch} \mathbf{E}$, где $\mathbf{E}$ – единичный тензор. Будем рассматривать два типа граничных условий: на внешней поверхности тела заданы радиальные перемещения u_0 или давление p_0 . Из соображений симметрии примем, что концентрация газовой компоненты B_* не зависит от координат ϑ и φ , т. е. является функцией только радиальной координаты, $c = c(r)$.

Перемещения в теле могут быть найдены из решения Ламе для тел со сферической симметрией:

$$u_{r\pm} = A_{\pm} r + \frac{B_{\pm}}{r^2}, \quad (16)$$

где константы $A_{\pm}$ и $B_{\pm}$ определяются из условий непрерывности радиальных компонент перемещений и напряжений (σ_{rr}) на фронте химической реакции и ограниченностью перемещений в центре шара при $r = 0$. Следовательно, с учетом этих условий перемещения будут выглядеть следующим образом:

$$u_- = A_- r, \quad u_+ = A_+ r + \frac{(A_- - A_+) r_i^3}{r^2}, \quad (17)$$

где:

$$A_+ = \frac{A_- (3k_- + 4\mu_+) + 3k_+ \varepsilon_{ch}}{3(\lambda_+ + 2\mu_+)}. \quad (18)$$

Здесь $k_{\pm}$ – модули всестороннего сжатия; $\lambda_{\pm}$ – параметры Ламе; $\mu_{\pm}$ – модули сдвига компонент B_{-} и B_{+} соответственно. Константа A_{-} зависит от типа граничных условий и для случая заданных на поверхности перемещений u_0 имеет вид:

$$A_{-} = \frac{(\lambda_{+} + 2\mu_{+})3\bar{u}_0 - 3k_{+}(1 - \xi^3)\varepsilon_{ch}}{3k_{-} + 4\mu_{+} + 3(k_{+} - k_{-})\xi^3}, \quad \bar{u}_0 = \frac{u_0}{r_0} \quad (19)$$

и

$$A_{-} = \frac{(\lambda_{+} + 2\mu_{+})p_0 + 4k_{+}\mu_{+}(1 - \xi^3)\varepsilon_{ch}}{k_{+}(3k_{-} + 4\mu_{+}) - 4\mu_{+}(k_{+} - k_{-})\xi^3}. \quad (20)$$

в случае заданных напряжений. Здесь и далее используется безразмерный параметр $\xi = \frac{r_i}{r_0}$.

Тогда компоненты деформаций и напряжений имеют следующий вид:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{rr}^{-} &= \varepsilon_{\varphi\varphi}^{-} = \varepsilon_{\theta\theta}^{-} = A_{-}; \quad \sigma_{rr}^{-} = \sigma_{\varphi\varphi}^{-} = \sigma_{\theta\theta}^{-} = 3k_{-}A_{-}; \\ \varepsilon_{rr}^{+} &= A_{+} - 2\frac{(A_{-} - A_{+})r_i^3}{r^3}; \quad \varepsilon_{\varphi\varphi}^{+} = \varepsilon_{\theta\theta}^{+} = A_{+} + \frac{(A_{-} - A_{+})r_i^3}{r^3}; \\ \sigma_{rr}^{+} &= 3\lambda_{+}A_{+} - 4\mu_{+}\frac{(A_{-} - A_{+})r_i^3}{r^3} - 3k_{+}\varepsilon_{ch}; \\ \sigma_{\varphi\varphi}^{+} &= \sigma_{\theta\theta}^{+} = 3\lambda_{+}A_{+} + 2\mu_{+}\frac{(A_{-} - A_{+})r_i^3}{r^3} - 3k_{+}\varepsilon_{ch}. \end{aligned} \quad (21)$$

Окончательно уравнение для определения равновесной концентрации будет выглядеть следующим образом:

$$\begin{aligned} A_{nn} &= \frac{n_{-}M_{-}}{\rho_{-}} \left[\gamma(T) + \frac{1}{2(\lambda_{+} + 2\mu_{+})} (12(k_{-} - k_{+})\mu_{+}A_{-}^2 + 3k_{+}(3k_{-} + 8\mu_{+})A_{-}\varepsilon_{ch} \right. \\ &\quad \left. - 12\mu_{+}k_{+}\varepsilon_{ch}^2) \right] + n_{*}RT \ln \left(\frac{c(\xi)}{c_{*}} \right) = 0 \end{aligned} \quad (22)$$

Как упоминалось, реакция может протекать только при $A_{nn} > 0$. Таким образом, при отсутствии внешних нагрузок и нулевой толщине превращенного слоя реакция может начаться только в том случае, когда величина энергетического параметра больше некоторого критического значения (γ_{*}), зависящего от свойств материала:

$$\gamma > \gamma_{*} = \frac{E_{+}}{1 - \nu_{+}} \varepsilon_{ch}^2. \quad (23)$$

Также отметим, что рост слоя превращенного материала инициирует возникновение внутренних напряжений, порожденных деформацией химического превращения, что, при небольших значениях γ , может заблокировать дальнейшее протекание реакции.

Уравнение диффузии в сферических координатах выглядит следующим образом:

$$D \frac{d^2 c}{d\zeta^2} + \left(\frac{dD}{d\zeta} + \frac{2}{\zeta} D \right) \frac{dc}{d\zeta} = 0, \quad \zeta = \frac{r}{r_0}. \quad (24)$$

Заметим, что в данной краевой задаче след тензора напряжений не зависит от положения фронта химической реакции:

$$\text{tr} \sigma^+ = \sigma_r^+ + \sigma_\phi^+ + \sigma_\theta^+ = 3k_+ (A_+ - \varepsilon_{ch}), \quad (25)$$

поскольку A_+ не зависит от r и, соответственно, не зависит от $\zeta = r/r_0$. Таким образом, в случае постоянного коэффициента диффузии и коэффициента диффузии определенного соотношением (12) $\left(\frac{dD}{d\zeta} = 0 \right)$ и, следовательно, в обоих случаях концентрация газа на фронте реакции определяется уравнением:

$$\frac{d^2 c}{d\zeta^2} + \frac{2}{\zeta} \frac{dc}{d\zeta} = 0. \quad (26)$$

Решением этого уравнения будет $c = \frac{c_1}{\zeta} + c_2$. Граничные условия (11) для нахождения констант интегрирования в этом случае будут выглядеть следующим образом:

$$-\frac{D}{r_0} c_1 + \alpha(c_* - c_1 - c_2) = 0, \quad -\frac{D}{r_0} \frac{c_1}{\xi^2} + n_*^2 k_* \left(\frac{c_1}{\xi} + c_2 - c_{eq} \right) = 0. \quad (27)$$

Подставив найденную равновесную концентрацию и концентрацию газа на фронте реакции в (8) и введя безразмерные параметры

$$t_* = \frac{n_* k_* n_* M_- c_*}{r_0 \rho_-} t, \quad \kappa_1 = \frac{n_*^2 k_* r_0}{D_0}, \quad \kappa_2 = \frac{n_*^2 k_*}{\alpha}, \quad (28)$$

получим следующее уравнение, описывающее скорость распространения фронта химической реакции

$$\frac{d\xi}{dt_*} = \frac{1 - c_{eq}/c_*}{1 + \kappa_1 \xi - \kappa_1 \xi^2 + \kappa_2 \xi^2} \quad (29)$$

для постоянного коэффициента диффузии и

$$\frac{d\xi}{dt_*} = \frac{1 - c_{eq}/c_*}{1 + \frac{\kappa_1}{B} \xi - \frac{\kappa_1}{B} \xi^2 + \kappa_2 \xi^2} \quad (30)$$

для эмпирического коэффициента диффузии (12), где $\bar{B} = \exp\left(\frac{V_d}{kT} 3k_+ (A^+ - \varepsilon_{ch})\right)$. Замена $\tilde{\xi} = 1 - \xi$ даст нам зависимость скорости роста относительной толщины превращенного слоя от времени.

Рассмотрим коэффициент диффузии (14), зависящий от деформаций скелета. В случае сферического тела этот коэффициент будет равен $D = D_0(1 + \beta(\varepsilon_{\varphi\varphi}^+ + \varepsilon_{\theta\theta}^+))$. С учетом формул (21) уравнение диффузии может быть записано как

$$(1 + 2\beta(A_+ + \frac{B\xi^3}{\zeta^3})) \frac{d^2c}{d\zeta^2} + \frac{2(\zeta^3(1 + 2A_+\beta) - B\beta\xi^3)}{\zeta^4} \frac{dc}{d\zeta} = 0. \quad (31)$$

Решение этого уравнения имеет следующий вид:

$$c(\zeta) = \frac{C_1(2\sqrt{3} \tan^{-1}(\psi) - 3\ln(p^{1/3}\zeta + q^{1/3}\xi) + \ln(p\xi^3 + q\xi^3))}{6p^{2/3}q^{1/3}\xi} + C_2, \quad (32)$$

где $p = 1 + 2\beta A_+$; $q = 2B\beta$; $\psi = \frac{-1 + \frac{2p^{1/3}\zeta}{q^{1/3}\xi}}{\sqrt{3}}$. Константы интегрирования C_1 и C_2 находятся из граничных условий (11).

Разложив уравнение (8) в ряд около $\xi = 1$ и учитывая, что $p + q = 1 + 2\beta A_+ + 2\beta(A_- - A_+) = 1 + 2A_-\beta$, получаем:

$$\frac{d\xi}{dt_*} = \frac{(1 + 2A_-\beta)(1 - c_{eq}/c_*)}{(1 + 2A_-\beta)(1 + \kappa_2\xi^2) + \kappa_1\xi - \kappa_1\xi^2}. \quad (33)$$

Заменяя ξ на $\tilde{\xi} = 1 - \xi$, мы получим зависимость скорости роста относительной толщины превращенного слоя от времени.

2.3.2. Осесимметричное тело

Рассмотрим бесконечный цилиндр $r \in [0, r_0]$, состоящий из двух слоев «+» и «-», разделенных цилиндрическим фронтом химической реакции $r = r_i$. Примем, что реакция распространяется от внешней поверхности к центру цилиндра. На боковой поверхности цилиндра заданы радиальные перемещения u_0 или давление $p = \sigma_0$. Из соображений симметрии следует, что концентрация является функцией только r -координаты: $c = c(r)$. Примем гипотезу о плоско-деформированном состоянии, считая, что отсутствуют какие-либо деформации по оси z и тензор деформаций химических превращений является плоским:

$$\xi_h = \xi_{ch} e_r e_r + \xi_{ch} e_\varphi e_\varphi$$

Перемещения могут быть найдены из задачи Ламе:

$$u_{r\pm} = A_\pm r + \frac{B_\pm}{r}. \quad (34)$$

С учетом непрерывности перемещений и их ограниченности в центре цилиндра, а также с учетом непрерывности радиального вектора усилий, перемещения во внутреннем и внешних областях определяются формулами:

$$u_- = A_- r; \quad u_+ = A_+ r + \frac{(A_- - A_+)}{r}, \quad (35)$$

где

$$A_+ = \frac{\bar{k}_- + 2\mu_+}{\bar{k}_+ + 2\mu_+} A_- + \frac{\bar{k}_+}{\bar{k}_+ + 2\mu_+} \varepsilon_{ch}. \quad (36)$$

Здесь $\bar{k}_{\pm} = (\lambda_{\pm} + \mu_{\pm})$ – плоские модули всестороннего сжатия.

Параметр A_- находим из граничных условий

$$A_- = \frac{\bar{u}_0 (\bar{k}_+ + 2\mu_+) - \bar{k}_+ \varepsilon_{ch} (1 - \xi^2)}{\bar{k}_- + 2\mu_+ + (\bar{k}_+ - \bar{k}_-) \xi^2}, \quad \bar{u}_0 = \frac{u_0}{r_0}, \quad (37)$$

если на поверхности цилиндра заданы перемещения, и

$$A_- = \frac{\bar{\sigma}_0 + 2\varepsilon_{ch} (1 - \xi^2)}{\frac{\bar{k}_-}{\mu_+} + \frac{\bar{k}_+}{\bar{k}_+} \xi^2 + 2(1 - \xi^2)}, \quad \bar{\sigma}_0 = \frac{\sigma_0 (\bar{k}_+ + 2\mu_+)}{\bar{k}_+ \mu_+}, \quad (38)$$

если на поверхности задано давление. Напомним, что параметр $\xi = \frac{r_i}{r_0}$ соответствует относительному положению фронта химической реакции. Таким образом, уравнение для равновесной концентрации имеет вид:

$$\frac{M_-}{\rho_-} (\gamma(T) + \frac{1}{\bar{k}_+ + 2\mu_+} [2(\bar{k}_- - \bar{k}_+) \mu_+ A_-^2 + \bar{k}_+ (\bar{k}_- + 4\mu_+) A_- \varepsilon_{ch} - 2\bar{k}_+ \mu_+ \varepsilon_{ch}^2]) + RT \ln \frac{c(\xi)}{\tilde{n}_*} = 0. \quad (39)$$

Реакция распространяется, если $A_{nn} > 0$. Следовательно, в отсутствие внешних нагрузок и нулевой толщине превращенного слоя реакция будет идти, только если энергетический параметр будет достаточно большим:

$$\gamma > \gamma_* = \frac{2\bar{k}_+ \mu_+}{\bar{k}_+ + 2\mu_+} \varepsilon_{ch}^2. \quad (40)$$

Отметим, что в этом случае критическое значение энергетического параметра γ_* в $2/3$ меньше, чем аналогичная величина для случая сферического тела.

Уравнение диффузии в цилиндрических координатах выглядит следующим образом:

$$D \frac{d^2 c}{d\xi^2} + \left(\frac{dD}{d\xi} + \frac{1}{\xi} D \right) \frac{dc}{d\xi} = 0, \quad (41)$$

где $\zeta = r/r_0$. Внешняя поверхность Ω в этом случае будет соответствовать $\zeta = 1$, а поверхность фронта химической реакции $\Gamma - \zeta = \xi$.

Аналогично случаю центрально симметричного тела след тензора напряжений не зависит от толщины превращенного слоя

$$\text{Tr} \sigma^+ = \sigma_r^+ + \sigma_\varphi^+ + \sigma_z^+ = (3\bar{k}_+ - 2\mu_+)(A_+ - \varepsilon_{ch}), \quad (42)$$

поскольку A_+ не зависит от r и, следовательно, коэффициент диффузии (12) также не зависит от ζ . Таким образом, для постоянного коэффициента диффузии и для феноменологического коэффициента диффузии (12) уравнение диффузии имеет вид:

$$\frac{d^2 c}{d\zeta^2} + \frac{1}{\zeta} \frac{dc}{d\zeta} = 0. \quad (43)$$

Решением этого уравнения является $c = c_1 \ln(\zeta) + c_2$. Константы интегрирования могут быть найдены из граничных условий (11).

Переходя к уже введенным безразмерным параметрам (28), получим уравнение для распространения относительного положения фронта химической реакции

$$\frac{d\xi}{dt_*} = \frac{1 - c_{eq}/c_*}{1 + \kappa_1 \xi \ln \xi - \kappa_2 \xi} \quad (44)$$

для постоянного коэффициента диффузии и

$$\frac{d\xi}{dt_*} = \frac{1 - c_{eq}/c_*}{1 + \frac{\kappa_1}{\bar{B}} \xi \ln \xi - \kappa_2 \xi} \quad (45)$$

для эмпирического коэффициента диффузии (12), где $\bar{B} = \exp\left(\frac{V_d}{kT}(3\bar{k}_+ - 2\mu_+)(A_+ - \varepsilon_{ch})\right)$.

Подстановка $\tilde{\xi} = 1 - \xi$ ведет к уравнению роста относительной толщины трансформированного слоя.

Обратимся теперь к тензорному коэффициенту диффузии (14), который в этом случае будет равен $D = D_0(1 + \beta \varepsilon_{\varphi\varphi}^+)$. Учитывая, что $\varepsilon_{\varphi\varphi}^+ = A_+ + (A_- - A_+) \frac{\xi^2}{r^2}$, дифференциальное уравнение для концентрации принимает вид:

$$\left(1 + \beta \left(A_+ + \frac{B\xi^2}{\zeta^2}\right)\right) \frac{d^2 c}{d\zeta^2} + \frac{\zeta^2 + A_+ \zeta^2 \beta - B\beta \xi^2}{\zeta^3} \frac{dc}{d\zeta} = 0, \quad (46)$$

где $B = A_- - A_+$. Решение этого уравнения громоздко и здесь не представлено, однако, подставляя граничные условия и переходя к безразмерным параметрам (28), мы получаем следующее уравнение, описывающее кинетику относительного положения фронта химической реакции:

$$\frac{d\xi}{dt_*} = \frac{1 - c_{eq}/c_*}{1 + \kappa_1 \ln(\lambda \xi^2) - \kappa_2 \lambda \xi}. \quad (47)$$

Здесь $\lambda = \frac{1+A_-\beta}{1+A_+\beta+B\beta\xi^2}$. После подстановки $\tilde{\xi} = 1 - \xi$ мы получаем уравнение роста относительной толщины трансформированного слоя.

3. Результаты и обсуждение

Дальнейшие вычисления будут проводиться с параметрами, приведенными в табл. 1. Величины параметров соответствуют физическим параметрам Si и SiO₂ за исключением химической деформации превращения ε_{ch} , которая на порядок меньше величины, соответствующей изменению объема при химическом превращении кремния в диоксид кремния. Такой выбор значения ε_{ch} соответствует приближению малых деформаций и оправдан быстрой перестройкой деформаций, обеспечивающей релаксацию напряжений вследствие вязкости диоксида кремния. Значения k_* , α были взяты из [21]. Значение коэффициента диффузии D_0 различно в разных работах: в частности в работах [22] и [23] оно на три порядка выше значения, приведенного в [21]. Такой разброс значений может быть объяснен неопределенностью в определении коэффициента диффузии D_0 в теоретических и экспериментальных исследованиях, а также путаницей в использовании D_0 или зависящего от температуры коэффициента $\frac{D_0}{kT}$, как это произошло, например, в работе [10]. Так как численные вычисления проводятся для того чтобы продемонстрировать возможности модели и влияние диффузии под механическими напряжениями на скорость химической реакции, приведенные в табл. 1 параметры можно рассматривать как параметры искусственного материала.

Таблица 1 – Параметры материалов

Параметры	Постоянная B_-	Постоянная B_+
Модули Юнга E , ГПа	163	60
Коэффициенты Пуассона, ν	0,23	0,17
Деформация химических превращений, ε_{ch}	–	0,03
Температура T , К	1173	
Коэффициент диффузии D_0 , м ² /с	6,61e-14	
Кинетическая константа реакции k_* , м/с	0,36e-6	
Скорость растворимости молекул газа в новом материале α , м/с	0,028	

3.1. Кинетика фронта реакции в центрально-симметричном теле

Подробное исследование кинетики фронта химической реакции с постоянным коэффициентом диффузии приведено в работе [24]. В нашей работе мы будем сравнивать, как влияет учет зависимости коэффициента диффузии от напряжений на скорость распространения химического фронта.

Введем относительное расхождение между положениями фронта химической реакции при использовании различных моделей диффузии:

$$\Delta = \frac{r_i(D_0) - r_i(D)}{r_0} \cdot 100 \% = (\xi(D) - \xi(D_0)) \cdot 100 \% . \quad (48)$$

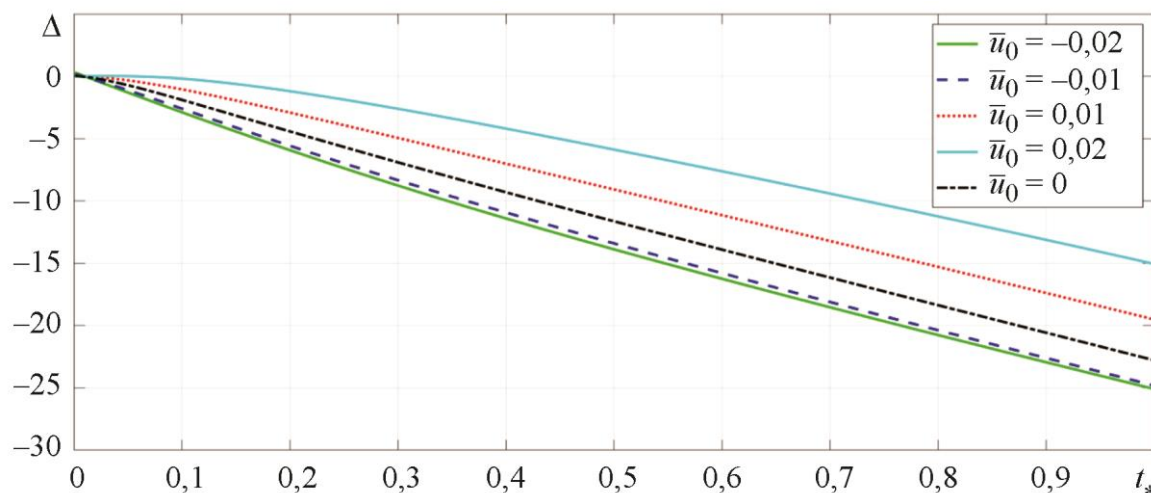


Рис. 2. Зависимость относительной разницы Δ от времени t_* для сферического тела, $\gamma = 5\gamma_*$; заданные перемещения

Отметим, что параметр Δ характеризует не относительную погрешность между различными моделями диффузии, а оценивает, насколько реакция замедляется или ускоряется при учете зависимости коэффициента диффузии от напряжений по сравнению с постоянным коэффициентом диффузии. Положительные значения Δ означают, что учет напряжений в диффузии ускоряет распространение фронта реакции, а отрицательные, напротив, замедляет.

Рассмотрим сначала коэффициент диффузии, определяемый соотношением (12), и случай заданных на границе перемещений u_0 . На рис. 2 представлено изменение параметра Δ с течением времени при различных значениях $\bar{u}_0 = u_0 / r_0$. Учет напряжений в коэффициенте диффузии значительно замедляет реакцию, вследствие значительных сжимающих напряжений, возникающих в шаре из-за появления слоя превращенного материала с положительной собственной деформацией, в независимости от того растягивающие или сжимающие перемещения заданы на границе.

Рассмотрим теперь случай заданных напряжений. Учет коэффициента диффузии, зависящего от напряжений, как и в случае заданных перемещений, замедляет рост превращенного слоя (рис. 3). При сжимающих напряжениях разница максимальна, при растягивающих – минимальна. Однако разница между подходами в случае заданных напряжений меньше, так как задавая напряжения, мы не фиксируем границы тела и оно может свободно расширяться вследствие химических превращений, не создавая дополнительных внутренних напряжений. Тем не менее эта разница существенна даже для растягивающих напряжений, поэтому при выбранном коэффициенте диффузии в данной краевой задаче пренебречь зависимостью коэффициента диффузии нельзя даже для того, чтобы получить оценочные результаты.

Рассмотрим также влияние коэффициента диффузии (14), зависящего от деформаций скелета превращенного материала, на распространение фронта реакции. Сравнение всех трех моделей диффузии при заданных на границе перемещениях приведено на рис. 4. В отличие от феноменологического коэффициента диффузии учет коэффициента тензодиффузии может, как ускорять рост слоя превращенного материала при растягивающих перемещениях (рис. 4 а), так и замедлять их при сжимающих перемещениях (рис. 4 б). Такое существенное различие между различными коэффициентами диффузии связано прежде всего с тем, что в этой задаче наибольший вклад в феноменологический коэффициент диффузии вносит радиальная компонента напряжений, действующая по оси диффузионного потока и слабо влияющая на деформации в превращенном материале в перпендикулярной направлению диффузии плоскости.

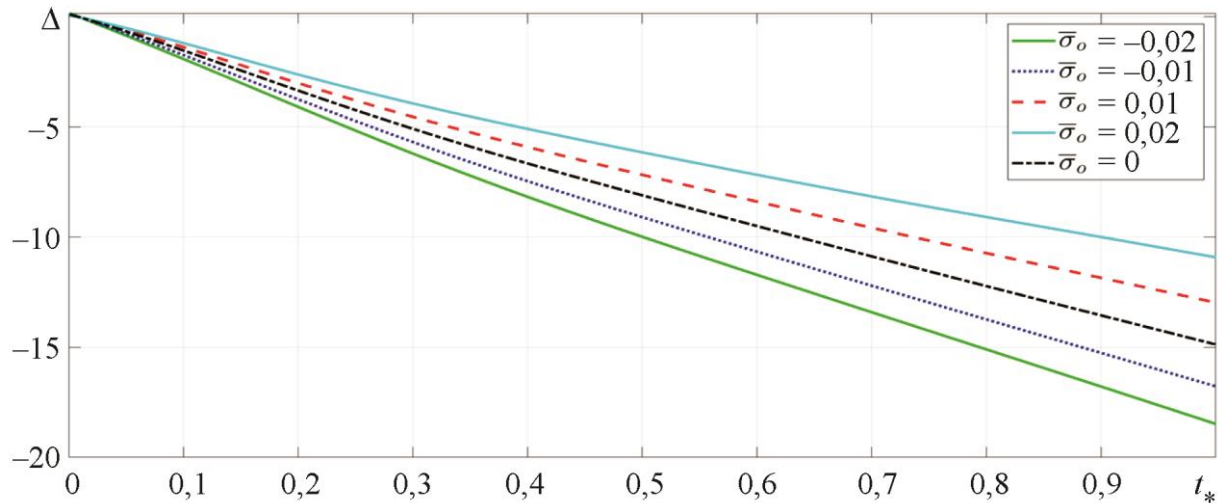


Рис. 3. Зависимость относительной разницы Δ от времени t_* для сферического тела, $\gamma = 5\gamma_*$; заданные напряжения

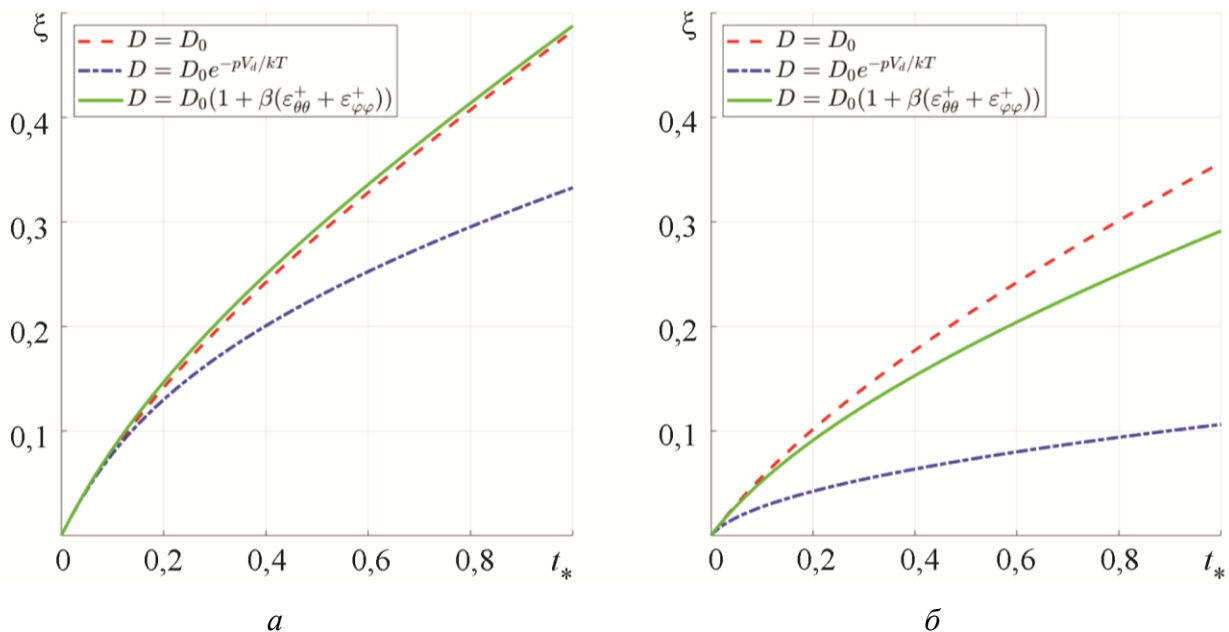


Рис. 4. Зависимость относительной толщины ξ от времени t_* для сферического тела, $\beta = \beta_*$, $\gamma = 5\gamma_*$; заданные перемещения на растяжение (а) и сжатие (б)

Более наглядно различие между выбором зависимости коэффициента диффузии от напряжений можно увидеть, сравнивая относительную разницу роста слоя превращенного материала при обоих подходах (рис. 5). Вне зависимости от знака перемещений на границе относительная разница между кинетикой фронта реакции с коэффициентом диффузии (14) и кинетикой с постоянным коэффициентом диффузии не превышает 10 %. Таким образом, в данной задаче зависимость коэффициента диффузии от напряжений в виде (14) оказывает значительно меньшее влияние на кинетику распространения фронта химической реакции, чем зависимость от напряжений химического сродства. Следовательно, в этом случае можно не учитывать зависимость коэффициента диффузии от механических напряжений при проведении расчетов.

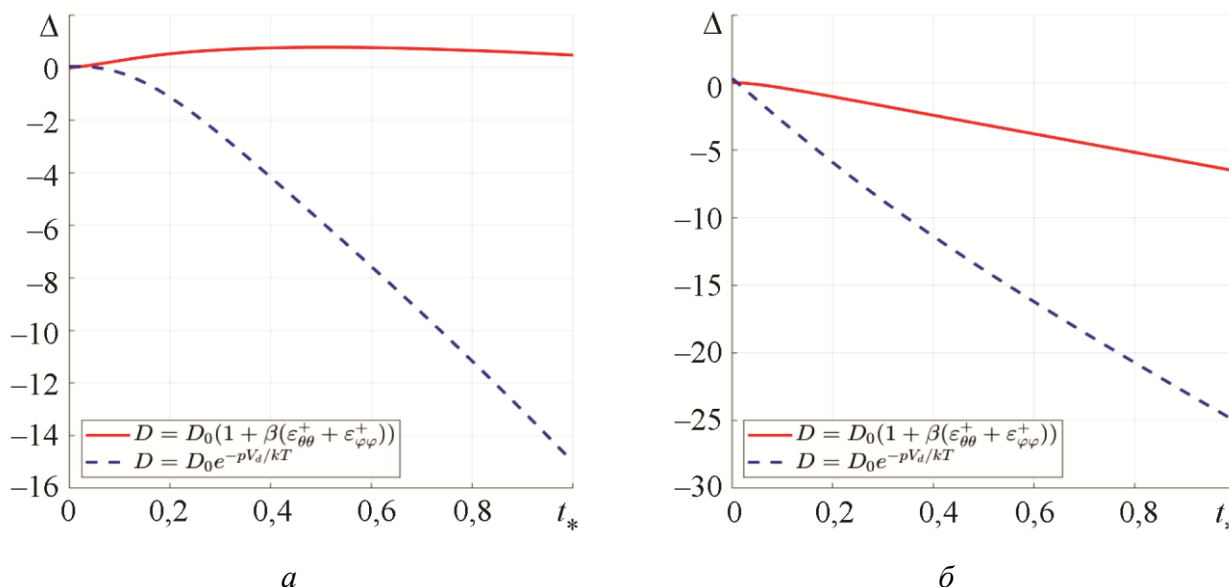


Рис. 5. Зависимость относительной разницы Δ от времени t_* для сферического тела, заданные перемещения на растяжение (а) и сжатие (б)

Если на границе шара задано давление p_0 , то независимо от величины и знака p_0 учет коэффициента диффузии (14), зависящего от деформаций каркаса, ускоряет продвижение фронта химической реакции. При этом относительная разница между кинетиками фронта химической реакции с коэффициентом диффузии (14) и с постоянным коэффициентом диффузии не превышает 5 %, поэтому при учете зависимости диффузии от напряжений в виде тензодиффузии этой разницей можно пренебречь и не учитывать зависимость коэффициента диффузии от механических напряжений без существенного снижения точности вычислений.

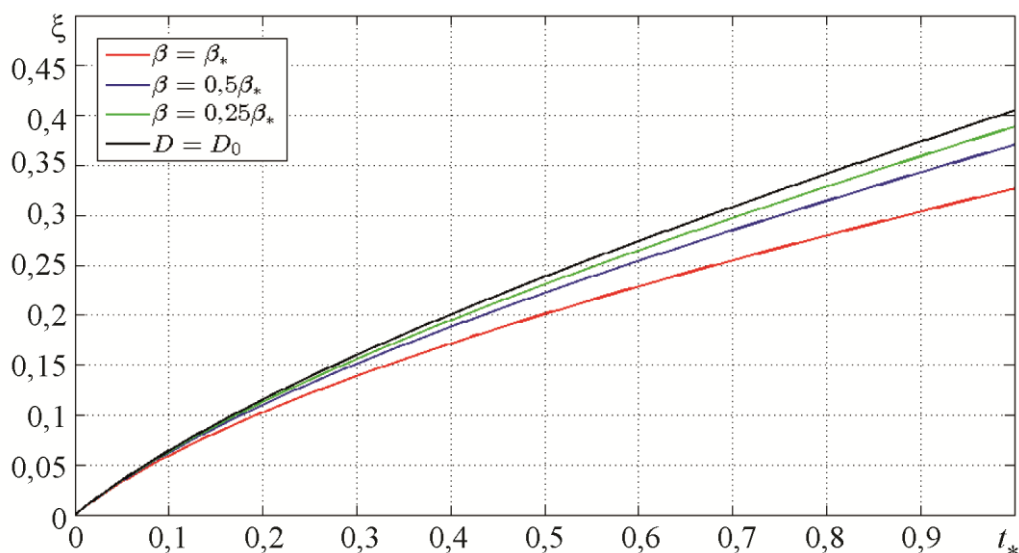


Рис. 6. Зависимость относительной толщины ξ от времени t_* для сферического тела при различных β , $\gamma = 5\gamma_*$; заданные перемещения $\bar{u}_0 = -0,01$.

Поскольку параметр β может варьироваться, рассмотрим, как его изменение будет влиять на кинетику фронта химической реакции. Относительное положение фронта хими-

ческой реакции в разные моменты времени при различных значениях параметра приведено на рис. 6. Наибольшее расхождение с кинетикой фронта при постоянном коэффициенте диффузии наблюдается при $\beta = \beta_*$. Поскольку значение β_* было оценкой сверху, очевидно, что при уменьшении параметра разница между подходами будет становиться меньше и также можно пренебречь зависимостью коэффициента диффузии от напряжений.

3.2. Кинетика фронта реакции в осесимметричном теле

Кинетика фронта химической реакции в осесимметричном теле при различных внешних нагрузках была подробно рассмотрена в [25], здесь мы будем рассматривать только влияние выбора моделей диффузии.

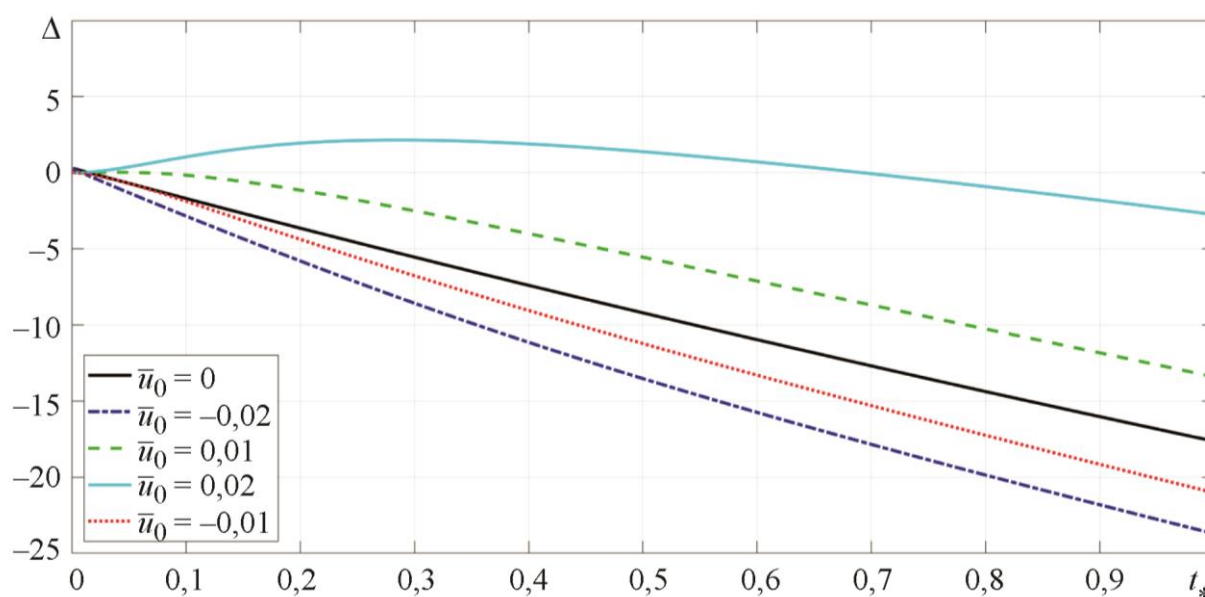


Рис. 7. Зависимость относительной разницы Δ от времени t_* для осесимметричного тела, $\gamma = 5\gamma_*$; заданные перемещения

Начнем рассмотрение с феноменологического коэффициента диффузии (12) при заданных перемещениях. На рис. 7 приведена относительная разница между толщинами слоя превращенного материала при учете зависимости коэффициента диффузии от напряжений и постоянным коэффициентом диффузии. За исключением случая значительных растягивающих деформаций, учет зависимости коэффициента диффузии от напряжений замедляет химическую реакцию. Разница между подходами становится тем значительнее, чем больше деформации на сжатие. Таким образом, и в этой краевой задаче при заданных перемещениях разница между подходами велика и не может быть проигнорирована.

Такое же поведение сохраняется и для заданных на границе усилий: учет зависимости коэффициента диффузии от напряжений, как и в случае заданных перемещений, замедляет рост превращенного слоя. При сжимающих напряжениях разница между подходами максимальна, при растягивающих – минимальна, однако, хотя разница между толщинами слоя превращенного материала в случае заданных напряжений меньше, чем в случае заданных перемещений, она все же недостаточно мала, чтобы ею можно было пренебречь.

Рассмотрим теперь влияние коэффициента диффузии (15), зависящего от деформаций скелета превращенного материала, на распространение фронта химической реакции. Как видно из кинетики роста относительной толщины превращенного слоя при заданных на границе перемещениях (рис. 8), использование коэффициента диффузии в виде (15) ускоряет

продвижение фронта химической реакции в случае растягивающей деформации, а в случае сжимающей деформации – замедляет. При этом при одинаковых значениях сжимающей и растягивающей деформации, разница между кинетикой фронта с коэффициентом диффузии, заданным по формуле (15), и кинетикой с постоянным коэффициентом диффузии, больше в случае сжимающих деформаций.

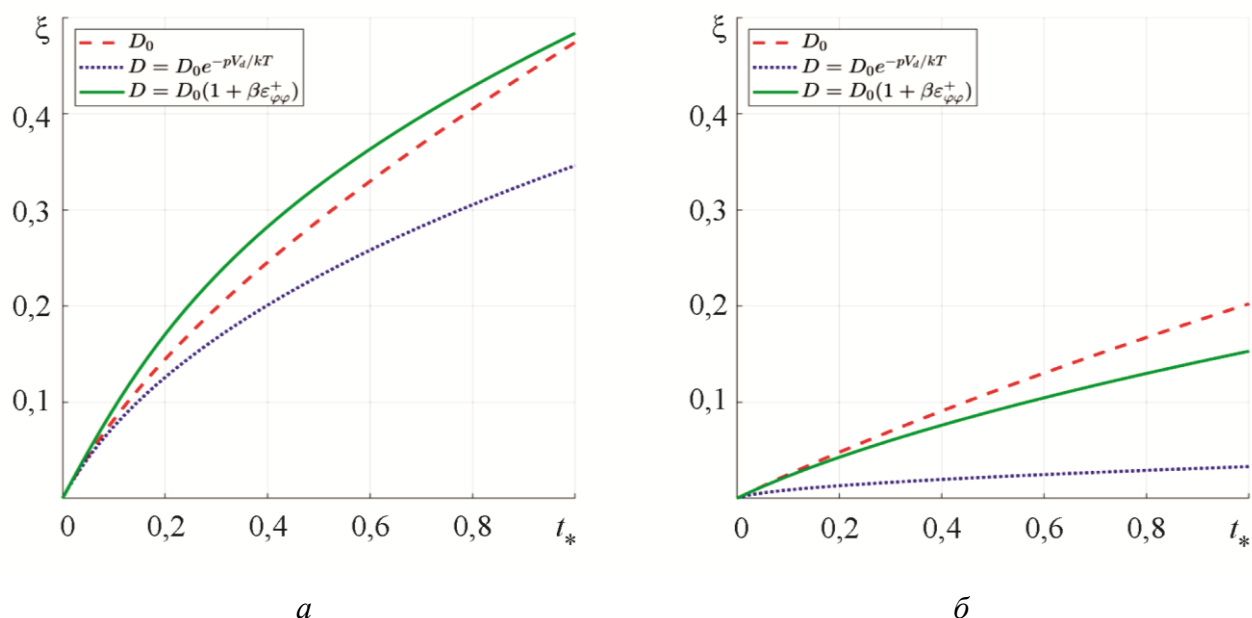


Рис. 8. Зависимость относительной толщины ξ от времени t_* для осесимметричного тела, $\beta = \beta_*$, $\gamma = 5\gamma_*$; заданные перемещения на растяжение (а) и сжатие (б)

В обоих случаях различие между ростом толщины превращенного слоя с предложенным коэффициентом диффузии (15) и постоянным коэффициентом меньше, чем между ростом толщины слоя с коэффициентом, введенным эмпирически и постоянным коэффициентом диффузии, что более наглядно представлено для разных зависимостей коэффициента диффузии от напряжений (рис. 9). При этом, независимо от знака перемещений, разница между кинетикой толщины превращенного слоя с коэффициентом диффузии (15) и кинетикой с постоянным коэффициентом диффузии не превышает 5 %, поэтому зависимостью коэффициента диффузии от напряжений, связанных с деформацией твердого тела можно пренебречь при проведении расчетов, не требующих высокой точности.

Результаты для заданных напряжений аналогичны результатам, которые были получены при заданных деформациях. Феноменологический коэффициент диффузии (13) замедляет распространение фронта химической реакции и оказывает более существенное влияние, чем тензорный коэффициент диффузии (15). Как и в предыдущих случаях, при выборе модели диффузии в виде (15) зависимостью диффузий от напряжений можно пренебречь.

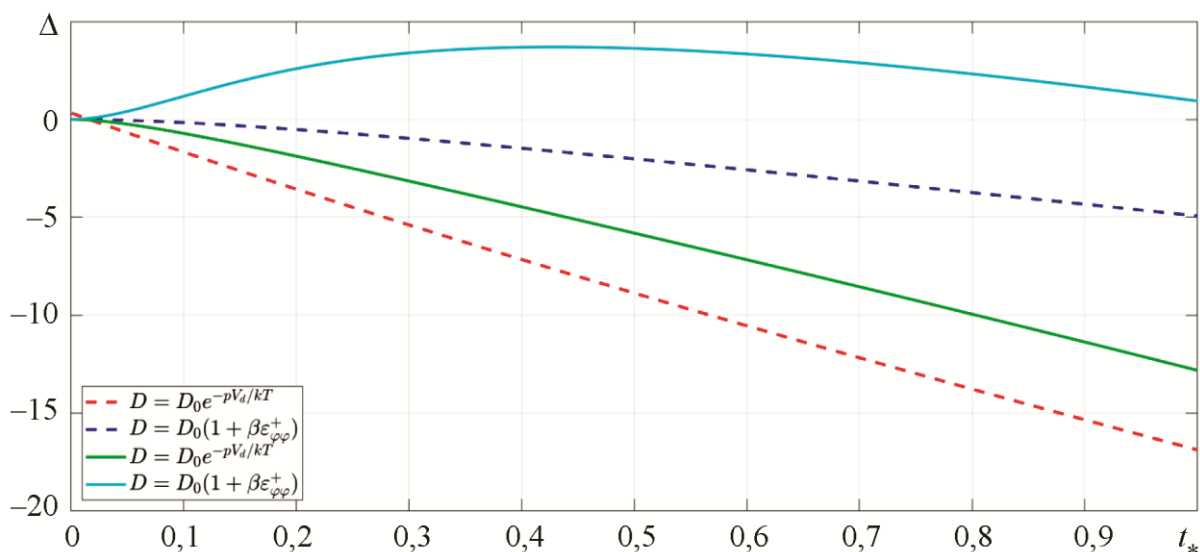


Рис. 9. Зависимость относительной разницы Δ от времени t_* для осесимметричного тела, заданные деформации на растяжение (сплошные линии) и на сжатие (пунктирные линии)

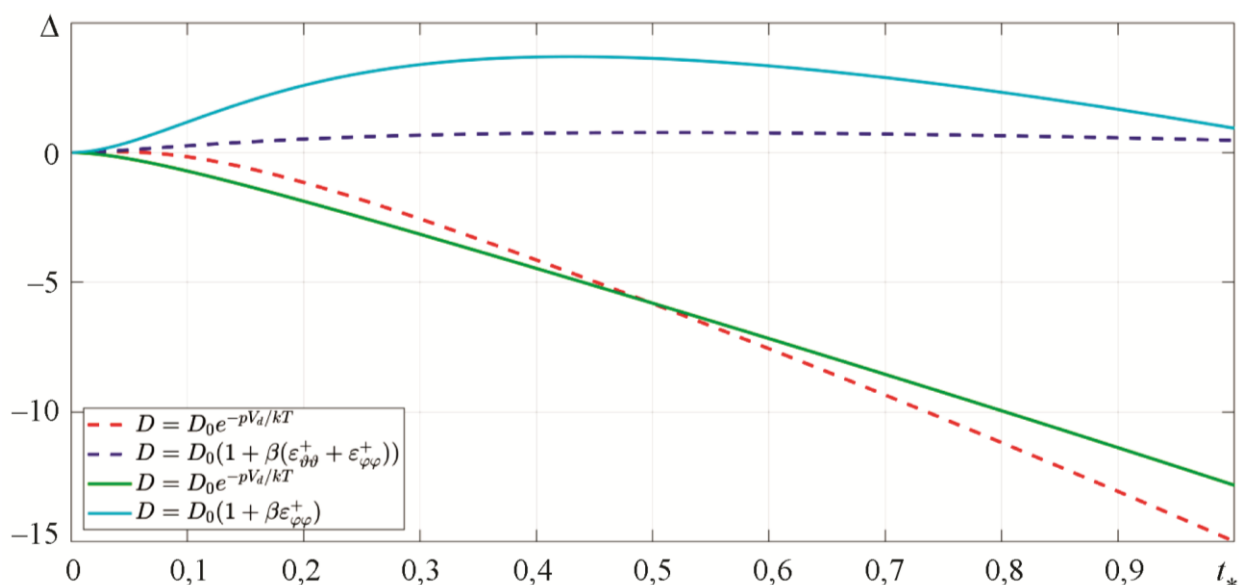


Рис. 10. Зависимость относительной разницы Δ от времени t_* для одинаковых значений соответствующего энергетического параметра; заданные деформации на растяжение в осесимметричном теле (сплошные линии) и в сфере (пунктирные линии)

Сравнение результатов для двух краевых задач при заданных растягивающих перемещениях приведено на рис. 10. Различие во влиянии учета зависимости диффузии от напряжений в центрально-симметричной и осесимметричной задачах связано, прежде всего, с гипотезой о плоско-деформированном состоянии, принятой в осесимметричной задаче.

4. Выводы

В этой работе мы исследовали влияние учета различных видов зависимости коэффициента диффузии от механических напряжений на скорость распространения фронта химической реакции. Помимо классической зависимости коэффициента диффузии от давления, была предложена модель диффузии, зависящая от деформаций твердого тела в плоскости, перпендикулярной направлению диффузионного потока, что привело к модели тензодиффу-

зии. Проведено исследование кинетики продвижения фронта химической реакции в зависимости от приложенных внешних нагрузок для двух краевых задач: тела со сферической симметрией и осесимметричного тела в плоско-деформированном состоянии. Было проведено сравнение результатов для всех трех коэффициентов диффузии: постоянного, заданного эмпирически и предложенного в этой работе.

В случае заданных на границе деформаций учет зависимости коэффициента диффузии от давления оказывает значительное влияние на кинетику распространения фронта химической реакции. Это происходит вследствие дополнительной положительной деформации химического превращения, возникающей в результате химической реакции. Поскольку при заданных (фиксированных) перемещениях на границе тело не может расшириться ни в одном из направлений, то внутри превращенного материала возникают значительные сжимающие внутренние напряжения, которые приводят к значительному уменьшению коэффициента диффузии (13). В целом плоско-деформированное состояние в цилиндре оказывает большее влияние на диффузию газа к фронту химической реакции, чем это наблюдается в центрально-симметричном теле (рис. 10).

В случае заданных напряжений на границах тела, как для цилиндра, так и для шара, разница между кинетикой роста превращенного слоя при постоянном и эмпирическом коэффициентами диффузии значительно меньше, чем при жестком нагружении. Если работы требуют качественной оценки или неточной количественной, в этом случае можно пренебречь зависимостью коэффициента диффузии от напряжений и облегчить дальнейшие вычисления, так как использование постоянного коэффициента диффузии уменьшает количество необходимых параметров модели и, соответственно, количество экспериментов и расчетов, необходимых для нахождения этих параметров. Тем не менее, учет зависимости коэффициента диффузии от напряжений в виде (13) оказывает значительное влияние на кинетику реакции и не может быть проигнорирован при точных расчетах.

Предложенная модель тензодиффузии в независимости от типа граничных условий оказывает меньшее влияние на скорость распространения фронта химической реакции, чем эмпирически заданная зависимость коэффициента диффузии от напряжений. Это происходит потому, что значительный вклад в давление, от которого зависит эмпирический коэффициент диффузии, вносит радиальная компонента тензора напряжений. В то же время, поскольку в рассматриваемых задачах радиальная компонента напряжений действует в направлении диффузионного потока, она не оказывает существенного влияния на скорость распространения диффузионного потока, определяемого деформациями материала в плоскости, перпендикулярной e_r . Таким образом, при выборе модели тензодиффузии скорость распространения фронта реакции определяется, прежде всего, скоростью химической реакции, а не диффузионным процессом и, как следствие, в этом случае влиянием механических напряжений на диффузионную кинетику можно пренебречь.

Благодарность

Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 18-19-00160).

Литература

1. Two-dimensional silicon oxidation experiments and theory / Dah-Bin Kao, J. P. McVittie, W. D. Nix, K. C. Saraswat // 1985 International Electron Devices Meeting. – IEEE, 1985. – P. 388–391.
2. Two-dimensional thermal oxidation of silicon–I. Experiments / Dah-Bin Kao, J. P. McVittie, W. D. Nix, K. C. Saraswat // IEEE Transactions on Electron Devices. – 1987. – Vol. 34, iss. 5. – P. 1008–1017. – DOI: 10.1109/T-ED.1987.23037.
3. Sutardja P., Oldham W. G. Modeling of stress effects in silicon oxidation // IEEE Transactions on Electron Devices. – 1989. – Vol. 36, no. 11. – P. 2415–2421. – DOI: 10.1109/16.43661.

4. Thermodynamics, diffusion and the Kirkendall effect in solids / Aloke Paul, Tomi Laurila, Vesa Vuorinen, Sergiy V. Divinski. – Springer, 2014.
5. Cui Z., Gao F., Qu J. Interface-reaction controlled diffusion in binary solids with applications to lithiation of silicon in lithium-ion batteries // *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. – 2013. – Vol. 61, no. 2. – P. 293–310. – DOI: 10.1016/j.jmps.2012.11.001.
6. Knyazeva A. G. Model of medium with diffusion and internal surfaces and some applied problems // *Mater. Phys. Mech.* – 2004. – Vol. 7, no. 1. – P. 29–36.
7. Knyazeva A. G. Cross effects in solid media with diffusion // *Journal of applied mechanics and technical physics*. – 2003. – Vol. 44, no. 3. – P. 373–384. – DOI: 10.1023/A:1023485224031.
8. Role of drawing-induced residual stresses and strains in the hydrogen embrittlement susceptibility of prestressing steels / J. Toribio, V. Kharin, M. Lorenzo, D. Vergara // *Corrosion Science*. – 2011. – Vol. 53, no. 10. – P. 3346–3355. – DOI: 10.1016/j.corsci.2011.06.012.
9. Cui Z., Gao F., Qu J. A finite deformation stress-dependent chemical potential and its applications to lithium ion batteries // *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. – 2012. – Vol. 60, no. 7. – P. 1280–1295. – DOI: 10.1016/j.jmps.2012.03.008.
10. Freidin A. B. Chemical affinity tensor and stress-assist chemical reactions front propagation in solids // *ASME 2013 International Mechanical Engineering Congress and Exposition*. – American Society of Mechanical Engineers, 2013. – P. V009T10A102-V009T10A102.
11. Freidin A. B. On the chemical affinity tensor for chemical reactions in deformable materials // *Mechanics of Solids*. – 2015. – Vol. 50, no. 3. – P. 260–285. – DOI: 10.3103/S0025654415030048.
12. Chemical affinity tensor and chemical reaction front propagation: theory and FE-simulations / Alexander B. Freidin, Igor K. Korolev, Sergey P. Aleshchenko, Elena N. Vilchevskaya // *International Journal of Fracture*. – 2016. – Vol. 202, no. 2. – P. 245–259. – DOI: 10.1007/s10704-016-0155-1.
13. Freidin A. B., Vilchevskaya E. N., Korolev I. K. Stress-assist chemical reactions front propagation in deformable solids // *International Journal of Engineering Science*. – 2014. – Vol. 83. – P. 57–75. – DOI: 10.1016/j.ijengsci.2014.03.008.
14. Chemical reactions in spherically symmetric problems of mechanochemistry / A. Freidin, N. Morozov, S. Petrenko, E. Vilchevskaya // *Acta Mechanica*. – 2016. – Vol. 227, no. 1, pp. 43–56. – DOI: 10.1007/s00707-015-1423-2.
15. Glansdorff P., Prigogine I. Thermodynamic theory of structure, stability and fluctuations // *American Journal of Physics*. – 1973. – Vol. 41, no. 1. – P. 147–148.
16. *Thermodynamic Methods in the Theory of Heterogeneous Systems* / ed. by M. J. Grinfel'd. – Longman Scientific and Technical, 1991.
17. Two-dimensional thermal oxidation of silicon. II. Modeling stress effects in wet oxides / Dah-Bin Kao, J. P. McVittie, W. D. Nix, K. C. Saraswat // *IEEE transactions on electron devices*. – 1988. – Vol. 35, no. 1. – P. 25–37. – DOI: 10.1109/16.2412.
18. Loeffel K., Anand L. A chemo-thermo-mechanically coupled theory for elastic-viscoplastic deformation, diffusion, and volumetric swelling due to a chemical reaction // *International Journal of Plasticity*. – 2011. – Vol. 27, no. 9. – P. 1409–1431. – DOI: 10.1016/j.ijplas.2011.04.001.
19. Yen J. Y., Hwu J. G. Stress effect on the kinetics of silicon thermal oxidation // *Journal of Applied Physics*. – 2001. – Vol. 89, no. 5. – P. 3027–3032. – DOI: 10.1063/1.1342801.
20. Indeitsev D., Mochalova Y. Mechanics of multi-component media with exchange of mass and non-classical supplies // *Dynamics of Mechanical Systems with Variable Mass*. – Springer, Vienna, 2014. – P. 165–194.
21. Deal B. E., Grove A. S. General relationship for the thermal oxidation of silicon // *Journal of Applied Physics*. – 1965. – Vol. 36, no. 12. – P. 3770–3778.
22. Delph T. J. Intrinsic strain in SiO₂ thin films // *Journal of Applied Physics*. – 1998. – Vol. 83, no. 2. – P. 786–792. – DOI: 10.1063/1.366759.
23. Lin M. T. Stress effects and oxidant diffusion in the planar oxidation : thesis and dissertation. – Lehigh University, 1999.

24. Vilchevskaya E. N., Freidin A. B., Morozov N. F. Kinetics of the chemical reaction front in centrally symmetric problems of mechanochemistry // Doklady Physics. – 2015. – Vol. 60, iss. 4. – P. 175–179. – DOI: 10.1134/S1028335815040072.
25. Vilchevskaya E. N., Freidin A. B. On kinetics of chemical reaction fronts in elastic solids // Surface effects in solid mechanics. – Springer, Berlin, Heidelberg, 2013. – P. 181–194.

Received: 05.11.2018

Revised: 22.11.2018

Accepted: 14.12.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.083-089

THEORETICAL BASES OF MAGNETOOPTICAL REFRACTOMETRY FOR TRANSPARENT MEDIA

A. V. Druzhinin^{1, 2, a)*}, A. P. Vladimirov^{1, 3, b)}, and E. V. Tsvetkova^{1, c)}

¹B. N. Yeltsin Ural Federal University, 19 Mira St, Ekaterinburg, 620002, , Russian Federation

²IMP, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,

18 S. Kovalevskoy St, Ekaterinburg, 620108, Russian Federation

³IES, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,

34 Komsomolskaya St, Ekaterinburg, 620049, , Russian Federation

a)  <https://orcid.org/0000-0001-9944-096X> ;  druzhinin@imp.uran.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0003-1653-0738> ;  vap52@bk.ru;

c)  esenin1412@gmail.com

*Corresponding author. E-mail: druzhinin@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, 620108, Ekaterinburg, Russian Federation

Tel.: +7 (343) 378 38 72

This article discusses the possibility of applying the odd magneto-optical effect in transmitted light on the two-layer ferromagnetic-film-transparent-substrate system in order to determine the refractive index of the substrate. This phenomenon is also known as the Mayevsky-Druzhinin effect (MDE). The article provides a brief description of the MDE, in particular, its peculiarity in the angular dependence – the sign change at the Brewster angle of the substrate. The traditional method of angle determination is inferior in a number of characteristics to the one proposed in this paper, and this makes the MDE method promising for use in refractometry.

Keywords: refractometry, magnetooptics, equatorial effect, Brewster angle.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment from the Russian Ministry of Education and Science on the subject of Spin, No. AAAA-A18-118020290104-2.

References

1. GOST SSSR 28869–90. *Materialy Opticheskie. Metody izmereniy pokazatelya prelomleniya* [Optical materials. Methods of measuring the refractive index]. Moscow, IPK Izd-vo Standartov Publ., 1991. (In Russian).
2. Osipov V.V., Orlov A.N., Kashirin V.I., Lisenkov V.V. A setup for measuring the refractive index of a plane-parallel ceramic plate using the optical beam shift method. *Instruments and Experimental Techniques*, 2013, vol. 56, no. 1, pp. 80–83. DOI: 10.1134/S0020441213010107.
3. Maevsky V.M., Bolotin G.A. The theory of light passage through a magnetized film in view of weak spatial dispersion. The case of equatorial magnetization. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1973, vol. 36, no. 2, pp. 11–21. (In Russian).
4. Druzhinin A.V., Lobov I.D., Maevsky V.M. Observation of the odd effect of light intensity variation as the light passes through an equatorially magnetized ferromagnetic film. *Pisma v ZhTF*, 1981, vol. 7, no. 18, pp. 1100–1102. (In Russian).

Подана в журнал: 05.11.2018
УДК 538.61
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.083-089

МЕТОДОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ МАГНИТООПТИЧЕСКОЙ РЕФРАКТОМЕТРИИ ПРОЗРАЧНЫХ СРЕД

А. В. Дружинин^{1, 2, а)*}, А. П. Владимиров^{1, 3, б)}, Е. В. Цветкова^{1, в)}

¹Уральский Федеральный Университет, пр. Мира, д. 19, Екатеринбург, Российская Федерация

²Уральское отделение Российской Академии Наук, Институт физики металлов,
ул. С. Ковалевской, д. 18, Екатеринбург, Российская Федерация

³Уральское отделение Российской Академии Наук, Институт машиноведения,
ул. Комсомольская, д. 34, Екатеринбург, Российская Федерация

а)  <https://orcid.org/0000-0001-9944-096X> ;  druzhinin@imp.uran.ru;

б)  <https://orcid.org/0000-0003-1653-0738> ;  vap52@bk.ru;

в)  esenin1412@gmail.com

*Ответственный автор. Электронная почта: druzhinin@imp.uran.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, д. 18, 620108, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 378–38–72

В статье обсуждается возможность применения нечетного магнитооптического эффекта в проходящем свете на двухслойной системе ферромагнетик-прозрачная подложка для определения показателя преломления последней. Это явление также известно как эффект Маевского-Дружинина (ЭМД). В статье приводится краткое описание ЭМД, в частности характерной особенности угловой зависимости величины эффекта – смены знака при угле Брюстера подложки. Традиционный метод нахождения этого угла уступает предлагаемому по ряду характеристик, что делает применение ЭМД перспективным для использования в рефрактометрии.

Ключевые слова: рефрактометрия, магнитооптика, экваториальный эффект, угол Брюстера.

1. Введение

Показатель преломления среды является характеристикой, чрезвычайно чувствительной как к химической чистоте вещества, так и к механическому состоянию структуры образца. Современные технологии получения бездефектных сверхчистых оптических материалов нуждаются в бесконтактном, точном и быстром определении показателя преломления.

В настоящее время существует много различных способов измерения показателя преломления прозрачных сред [1], однако ни один из них не является универсальным. В каждом конкретном случае требуется применение адекватной методики измерения, и использовать соответствующее оборудование. Рекордные по чувствительности рефрактометрические методики чрезвычайно сложны и дороги [2]. Кроме того, они накладывают жесткие ограничения на качество подготовки исследуемых образцов.

Предлагаемый ниже магнитооптический способ определения угла Брюстера φ_B , тангенс которого является показателем преломления, обладает рядом преимуществ перед традиционной процедурой нахождения этого угла. Основными достоинствами магнитооптического способа являются: повышенная точность измерения угла, возможность работы с тонкими диэлектрическими слоями и отсутствие жестких требований к коллимации оптического пучка, что особенно важно при спектральных измерениях. Способ относится к разряду нулевых методик.

2. Постановка задачи и методы решения

Взятый за основу предлагаемого метода нечетный интенсивностный giroэлектрический экваториальный магнитооптический эффект (δ_p^t -эффект) был предсказан в работе [3] и обнаружен позднее [4].

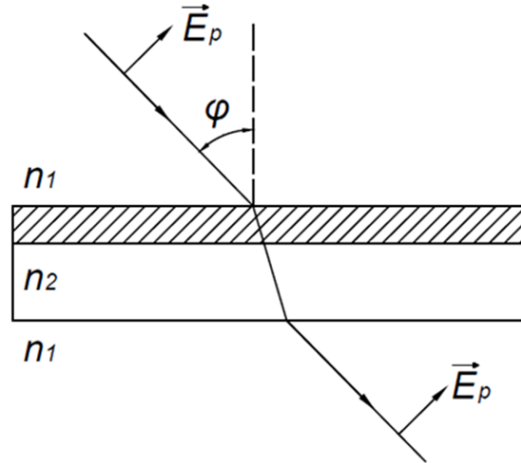


Рис. 1. Схема происхождения светового луча при наблюдении экваториального эффекта в проходящем свете

На рис. 1 изображен ход луча, проходящего через двухслойную систему полупрозрачной ферромагнитной пленки – прозрачную подложку. Магнитное поле, которое перемагничивает пленку, направлено перпендикулярно плоскости падения света (так называемая экваториальная геометрия). В случае, когда свет проходит сквозь полупрозрачную ферромагнитную пленку (пластинку) с одинаковыми внешними средами, эффект относительного приращения прошедшего p – поляризованного света отсутствует. Это обусловлено тем, что экваториальные эффекты имеют граничную природу и в этом случае эффекты на обеих границах равны по величине и противоположны по знаку. Если же внешние среды по отношению к ферромагнетику обладают различными показателями преломления, полная компенсация нарушается. Поэтому этот эффект первоначально был назван разностным.

Этот эффект обозначают как δ_p^t , где δ – относительное приращение интенсивности прошедшего через двухслойную среду света при перемагничивании образца. Индекс p обозначает поляризацию падающего света, а индекс t обозначает его пропускание через образец.

Зависимость величины эффекта от угла падения света определяется функцией [3]

$$K_p(\varphi) = (n_2^2 \cos \varphi - n_1 \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \varphi}) \sin \varphi. \quad (1)$$

Данная функция (рис. 2 а) имеет немонотонный характер, изменяя свой знак при угле падения света, тангенс которого равен отношению показателей преломления внешних сред. Такой угол по определению – угол Брюстера. В случае, когда внешняя среда (вакуум или воздух) имеет $n_1 = 1$, мы получаем абсолютный показатель преломления подложки n_2 .

Такая особенность угловой зависимости магнитооптического δ_p^t -эффекта открывает возможность его использования для определения показателя преломления прозрачного вещества.

Традиционный способ определения угла Брюстера состоит в определении углового положения минимума (близкого к нулю) коэффициента отражения $R_p(\varphi)$ p -поляризованного света (рис. 2 б) от плоского зеркально отполированного диэлектрического образца:

$$R_p(\varphi) = \frac{I}{I_0}, \quad (2)$$

где: I_0 – интенсивность падающего света; I – интенсивность отраженного света.

Угловая зависимость этой величины определяется формулой Френеля:

$$R_p(\varphi) = \left(\frac{n_2^2 \cos \varphi - n_1 \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \varphi}}{n_2^2 \cos \varphi + n_1 \sqrt{n_2^2 - n_1^2 \sin^2 \varphi}} \right)^2. \quad (3)$$

В формуле (3) n_1 – показатель преломления внешней среды; n_2 – показатель преломления прозрачной среды; φ – угол падения света.

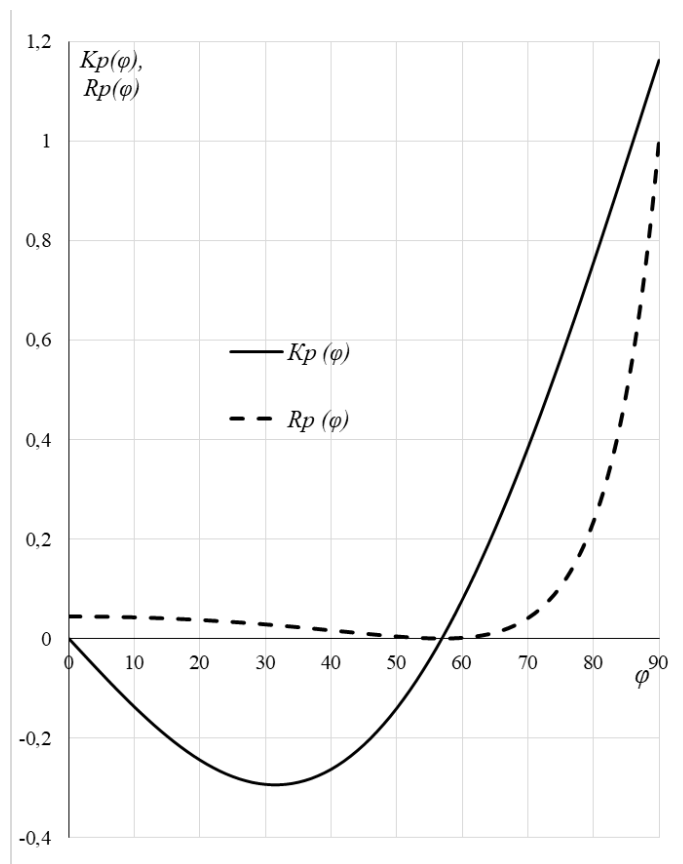


Рис. 2. Угловая зависимость: а – функции $-K_p(\varphi)$ ($n_1 = 1$, $n_2 = 1,5$); б – коэффициента отражения R_p для диэлектрика с $n = 1,5$

На рис. 2 представлены обе угловые зависимости, имеющие зануление при угле Брюстера φ_B .

Свет с p -поляризацией, преломляясь, не отражается, т. е. он не различает границу раздела при угле падения, равном φ_B . Подобный эффект возникает в магнитооптическом эффекте для p -поляризованного света: противоположные границы ферромагнитного слоя дают один и тот же эффект приращения пропускания, но с противоположным знаком.

Традиционное определение угла Брюстера усложняется не только нулевыми значениями самого коэффициента отражения, но также равенством нулю его угловой производной, что накладывает сильные ограничения на коллимацию рабочего пучка света. К тому же повышение точности измерений на порядок требует уменьшения ошибки

определения отношения $\Delta I/I$ на два порядка. Невысокая реальная точность этого метода $\Delta n \sim 10^{-2} - 10^{-3}$; жесткие требования к сходимости светового луча и на толщину плоскопараллельного образца, когда невозможно исключить второй паразитный луч, сильно ограничивают возможности классического метода Брюстера.

В предлагаемом новом магнитооптическом методе ряд вышеперечисленных недостатков определения угла Брюстера отсутствуют.

Рассмотрим характерную угловую зависимость $-K_p(\varphi)$ (рис. 2 а) для случая, когда показатель преломления внешней среды $n_1 = 1$, а показатель преломления подложки $n_2 = 1,5$. Точка перехода через ноль соответствует значению $\arctg(n_2/n_1)$, т. е. углу Брюстера материала подложки. В отличие от чисто оптического случая, угловая производная от эффекта равна не нулю, а величине

$$-K'_p(\varphi) = -(1 - n_2^2) = 1,25. \quad (4)$$

Поскольку поведение величины эффекта в окрестности его нуля близко к линейной зависимости, требования к сходимости зондирующего луча уменьшаются во много раз, а также упрощается процедура интерполяции.

3. Результаты и обсуждение

Обнаруженный в работе [4] линейный по намагниченности δ_p^t магнитооптический эффект в проходящем p -поляризованном свете (рис. 3) полностью подтвердил предсказание работы [3] по угловой зависимости эффекта. Граничный характер эффекта подтверждается инверсией его знака при обращении хода луча света.

Образец представлял собой двухслойную систему: полупрозрачную ферромагнитную пленку железа (10 нм), нанесенную на стеклянную подложку. При перемагничивании пленки в направлении, перпендикулярном плоскости падения света (экваториальная геометрия) прошедший свет, не изменяя своей поляризации, модулируется по амплитуде на частоте магнитного поля. Глубина такой модуляции достигает величины $1,5 \cdot 10^{-3}$. Это достаточно большой эффект, который легко измеряется. В зависимости от интенсивности прошедшего света, предельные (реально измеряемые с процентной ошибкой) эффекты относительного приращения интенсивности света достигают величины $1 \cdot 10^{-6}$.

Второй характерной угловой особенностью является поведение эффекта вблизи нормального падения света (рис. 4). Из графика следует, что значения эффекта по обе стороны от нулевого угла падения равны по величине и противоположны по знаку.

Такая особенность эффекта позволяет без использования процедуры автоколлимации определить значение нулевого (нормального) угла падения с большой точностью даже для сходящихся пучков. Нахождение второго нуля вблизи угла Брюстера для сходящегося пучка дает небольшую угловую ошибку с занижением величины угла из-за нелинейного характера функции $K_p(\varphi)$ (рис. 5). Однако знание вида этой функции позволяет провести интерполяционную процедуру для нахождения истинного угла Брюстера.

Расчет показывает, что абсолютная ошибка в определении показателя преломления магнитооптическим методом находится из выражения

$$\Delta n_2 = \frac{n_2^2 + n_1^2}{\sqrt{(n_2^2 - n_1^2)} \cdot \delta_p\left(\frac{\pi}{2}\right)} \cdot \frac{\Delta I}{I}. \quad (5)$$

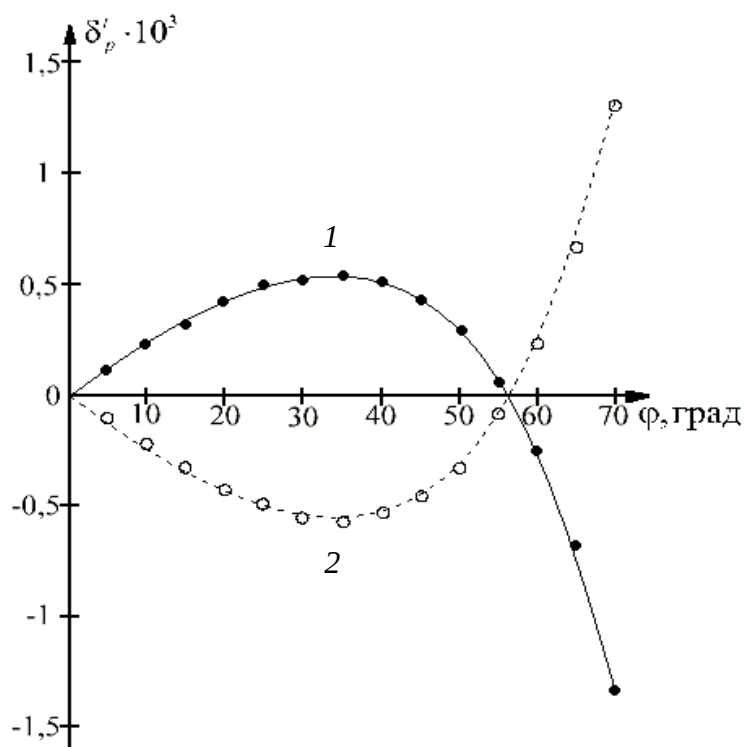


Рис. 3. Экспериментальная угловая зависимость δ_p^t -эффекта: 1 – падение света со стороны пленки железа; 2 – падение света со стороны подложки [4]

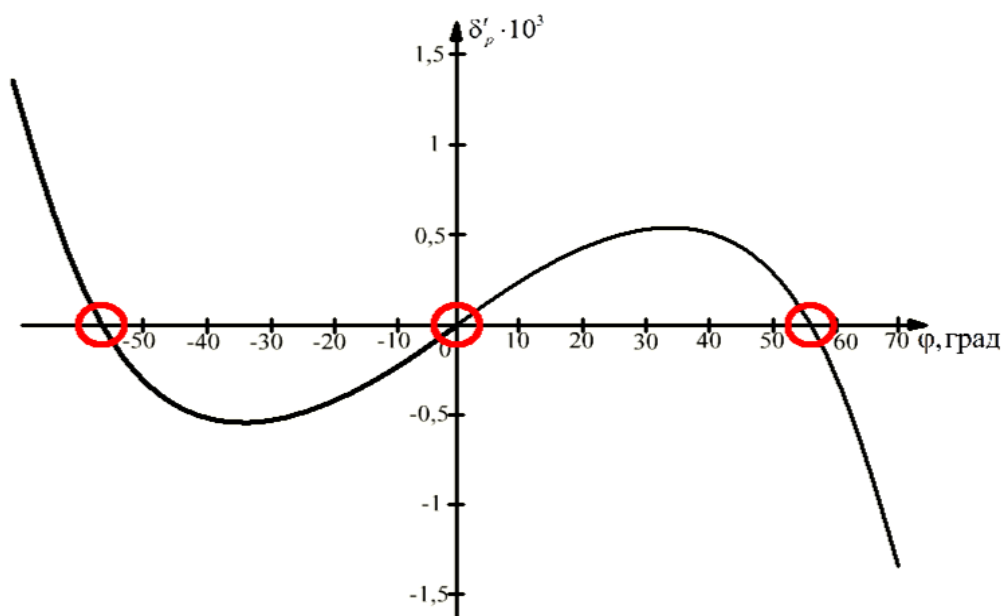


Рис. 4. Нулевые значения величины δ_p^t -эффекта

Очевидно, эта ошибка тем меньше, чем больше значение магнитооптического эффекта при больших углах падения и чем меньше ошибка $\Delta I/I$ измерения переменной составляющей относительно величины проходящего светового потока. При современном уровне точности измерения интенсивностных эффектов $\Delta I/I \sim 1 \cdot 10^{-7}$, при значениях $\delta_p \left(\frac{\pi}{2} \right) \sim 2 \cdot 10^{-3}$; $n_2 \sim 1,5$; $n_1 = 1$ формула (5) дает величину $\Delta n_2 \approx 0,6 \cdot 10^{-4}$.

Эта ошибка примерно на порядок меньше, чем при использовании эллипсометрического способа или классического метода угла Брюстера.

4. Заключение

Представленный в работе магнитооптический метод для определения показателя преломления прозрачных сред, обладая простотой фотометрической процедуры и высокой точностью, имеет ряд преимуществ по сравнению с традиционным методом: возможность измерения тонких слоев, пленок в сходящихся пучках, что особенно важно для спектральных измерений. Качество ферромагнитной пленки, а также ее химический состав, для задачи рефрактометрии материала подложки не играет ни какой роли.

Предлагаемый магнитооптический способ определения показателя преломления прозрачных сред технически выполним и, обладая рядом преимуществ перед известными способами, может найти применение в рефрактометрических методах физики и химии твердого тела.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Спин» №АААА-А18-118020290104-2).

Литература

1. ГОСТ СССР 28869-90. Материалы оптические. Методы измерений показателя преломления. – Москва : ИПК Издательство стандартов, 1991.
2. A setup for measuring the refractive index of a plane-parallel ceramic plate using the optical beam shift method / V. V. Osipov, A. N. Orlov, V. I. Kashirin, V. V. Lisenkov // Instruments and Experimental Techniques. – 2013. – Vol. 56, no. 1. – P. 80–83. – DOI: 10.1134/S0020441213010107.
3. Маевский В. М., Болотин Г. А. К теории прохождения света через намагниченную плёнку при учёте слабой пространственной дисперсии. Случай экваториального намагничивания. – Физика металлов и металловедение. – 1973. – Т. 36, № 2. – С. 241–252.
4. Дружинин А. В., Лобов И. Д., Маевский В. М. Наблюдение нечётного эффекта изменения интенсивности света при его прохождении через экваториально намагниченную ферромагнитную плёнку // Письма в ЖТФ. – 1981. – Т. 7, вып. 18. – С. 1100–1102.

Received: 22.10.2018

Revised: 15.11.2018

Accepted: 30.11.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.090-099

APPLICATION OF THE INSTRUMENTED NANOINDENTATION METHOD TO EVALUATING THE BEHAVIOR OF THE MECHANICAL PROPERTIES OF A Fe-Ga ALLOY WITH INCREASING GALLIUM CONTENT

V. A. Milyutin^{a)*} and I. V. Gervasieva^{b)}

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-5808-3959>  milutin@imp.uran.ru;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-8928-1707>  gervasy@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: v.a.milutin@gmail.com

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russia

Tel.: +7 343 378 38 20

Five Fe-Ga samples with gallium content ranging from 13.2 to 19.7 at. % are studied in this paper. X-ray phase analysis is carried out for the certification of the phase composition of the initial samples; in order to find differences in the chemical composition inside the grains and in the near-border areas, elementary analysis of individual structure sections is carried out. It is demonstrated that in this alloy there is a distinct brittle fracture. To study the mechanical properties and to reveal their behavior with increasing Ga content, it is proposed to use a nanoindentation system. An increase in microhardness and a decrease in the plastic work of indentation with increasing Ga content are shown.

Keywords: Fe-Ga alloy, instrumented microindentation, fracture.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment from FASO Russia (Magnet, No. AAAA-A18-118020290129-5) and partially supported by the RFBR (project No. 18-03-00623) and UB RAS Complex Program No. 18-10-2-5.

The experimental results were obtained with the use of the equipment of the Testing Center of Nanotechnology and Advanced Materials collective use center.

References

1. The experimental results were obtained with the use of the equipment of the *Testing Center of Nanotechnology and Advanced Materials* collective use center Clark A.E., Restorff J.B., Wun-Fogle M., Lograsso T.A., Schlager D.L. Magnetostrictive properties of body-centered cubic Fe-Ga and Fe-Ga-Al alloys. *IEEE Transactions on Magnetics*, 2000, vol. 36, pp. 3238–3240. DOI: 10.1109/20.908752.
2. Xing Q., Du Y., McQueeney R.J., Lograsso T.A. Structural investigations of Fe–Ga alloys: Phase relations and magnetostrictive behavior. *Acta Materialia*, 2008, vol. 56, pp. 4536–4546. DOI: 10.1016/j.actamat.2008.05.011
3. Na S., Flatau A.B. Single grain growth and large magnetostriction in secondarily recrystallized Fe–Ga thin sheet with sharp Goss (011) [100] orientation. *Scripta Materialia*, 2012, vol. 66, pp. 307–310. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.11.020.

4. Clark A.E., Wun-Fogle M., Restorff J.B., Lograsso T.A. Magnetostrictive properties of galfenol alloys under compressive stress. *Materials Transaction*, 2002, vol. 43, pp. 881–886. DOI: 10.2320/matertrans.43.881.
5. Kellogg R.A., Flatau A.B., Clark A.E., Wun-Fogle M., Lograsso T.A. Temperature and stress dependencies of the magnetic and magnetostrictive properties of Fe 0.81 Ga 0.19. *J. Appl. Phys.*, 2002, vol. 91, pp. 7821–7823. DOI: 10.1063/1.1452216.
6. Jayaraman T.V., Srisukhumbowornchai N., Guruswamy S., Free M.L. Corrosion studies of single crystals of iron–gallium alloys in aqueous environments. *Corros. Sci.*, 2007, vol. 49, pp. 4015–4027. DOI: 10.1016/j.corsci.2007.05.010.
7. Golovin I.S., Riviére A. Mechanisms of anelasticity in Fe-13Ga alloy. *Intermetallics*, 2011, vol. 19, pp. 453–459. DOI: 10.1016/j.intermet.2010.10.017.
8. Golovin I.S. Anelasticity of Fe–Ga based alloys. *Materials & Design*, 2015, vol. 88, pp. 577–587. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.08.160.
9. Xing Q., Lograsso T.A. Effect of cooling rate on magnetoelasticity and short-range order in Fe-Ga alloys. *Scripta Materialia*, 2011, vol. 65, pp 359–362. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.05.010.
10. Li J.H., Gao X.X., Zhu J., Bao X.Q., Xia T., Zhang M.C. Ductility, texture and large magnetostriction of Fe–Ga-based sheets. *Scripta Materialia*, 2010, vol. 63, pp. 246–249. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.03.068.
11. Na S., Flatau A.B. Deformation behavior and magnetostriction of polycrystalline Fe-Ga-X (X = B, C, Mn, Mo, Nb, NbC) alloys. *Journal of Applied Physics*, 2008, vol. 103, pp. 07D304. DOI: 10.1063/1.2838772.
12. Li J., Gao X., Zhu J., He C., Qiao J., Zhang W. M. Texture evolution and magnetostriction in rolled (Fe₈₁Ga₁₉) 99 Nb₁ alloy. *J. Alloys. Compd.*, 2009, vol. 476, pp. 529–533. DOI: 10.1016/j.jallcom.2008.09.087.
13. Li J., Gao X., Zhu J., Li Jie, Zhang M. Ductility enhancement and magnetostriction of polycrystalline Fe-Ga based alloys. *J. Alloys. Compd.*, 2009, vol. 484, pp. 203–206. DOI: 10.1016/j.jallcom.2009.03.008.
14. Sun A.L., Liu J.H., Jiang C.B. Microstructural characteristics and in situ reinforcement in NbC-doped Fe₈₁Ga₁₉ magnetostrictive alloys. *Materials & Design*, 2015, vol. 88, pp. 1342–1346. DOI: 10.1016/j.matdes.2015.08.150.
15. Takahashi T., Okazaki T., Furuya Y. Improvement in the mechanical strength of magnetostrictive (Fe-Ga-Al)-X-C (X = Zr, Nb and Mo) alloys by carbide precipitation. *Scr. Mater.*, 2009, vol. 61, pp. 5–7. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2008.12.032.
16. Wu Y., Fang L., Meng C., Chen Y., Wang J., Liu J., Zhang T., Jiang C. Improved magnetostriction and mechanical properties in dual-phase FeGa single crystal. *Materials Research Letters*, 2018, vol. 6, pp. 327–332. DOI: 10.1080/21663831.2018.1451403.
17. Influence of Tb on structure and properties of Fe-19%Ga and Fe-27%Ga alloys / Golovin I.S., Balagurov E.M., Palacheva V.V., Emdadi A., Bobrikov I.A., Churyumov A.Y., Cheverikin V.V., Pozdniakov A.V., Mikhaylovskaya A.V., Golovin S.A. *J. Alloys. Compd.*, 2016, vol. 707, pp. 51–56. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.09.151.
18. Zhang M.C., Jiang H.L., Gao X.X., Zhu J., Zhou S.Z. Magnetostriction and microstructure of the melt-spun Fe 83 Ga 17 alloy. *Journal of Applied Physics*, 2006, vol. 99, pp. 023903. DOI: 10.1063/1.2164528.
19. Liu G.D., Liu L.B., Liu Z.H., Zhang M., Chen J.L., Li J.Q., Wu G.H. Giant magnetostriction on Fe₈₅Ga₁₅ stacked ribbon samples. *Appl. Phys. Lett.*, 2004, vol. 84, pp. 2124–2126. DOI:10.1063/1.1688452.
20. Atulasimha J., Flatau A.B. A review of magnetostrictive iron–gallium alloys. *Smart Mater. Struct.*, 2011, vol. 20, pp. 043001–043001. DOI: 10.1088/0964-1726/20/4/043001.

21. Summers E.M., Lograsso T.A., Snodgrass J.D., Slaughter J.C. Magnetic and Mechanical Properties of Polycrystalline Galfenol. In: *Smart Structures and Materials 2004: Active Materials: Behavior and Mechanics*: Proceedings, 2004, vol. 448. DOI: 10.1117/12.539781.
22. Ikeda O., Kainuma R., Ohnuma I., Fukamichi K., Ishida K. Phase equilibria and stability of ordered b.c.c. phases in the Fe-rich portion of the Fe–Ga system. *J. Alloys. Compd.*, 2002, vol. 347, pp. 198–205. DOI: 10.1016/S0925-8388(02)00791-0.
23. Pineau A., Benzerga A.A., Pardoen T. Failure of metals I: Brittle and ductile fracture. *Acta Materialia*, 2016, vol. 107, pp. 424–483. DOI: 10.1016/j.actamat.2015.12.034.
24. Khachaturyan A.G., Viehland D. Structurally heterogeneous model of extrinsic magnetostriction for Fe-Ga and similar magnetic alloys: part I. decomposition and confined displacive transformation. *Metall. Mater. Trans. A*, 2007, vol. 38A, pp. 2308–2316. DOI: 10.1007/s11661-007-9253-z.
25. Bhattacharyya S., Jinschek J.R., Khachaturyan A., Cao H., Li J.F., Viehland D. Nanodispersed DO3-phase nanostructures observed in magnetostrictive Fe–19% Ga Galfenol alloys. *Phys. Rev. B*, 2008, vol. 77, pp. 104107. DOI: 10.1103/PhysRevB.77.104107.
26. Cao H., Gehring P.M., Devreugd C.P., Rodriguez-Rivera J.A., Li J., Viehland D. Role of Nanoscale Precipitates on the Enhanced Magnetostriction of Heat-Treated Galfenol (Fe_{1-x}Ga_x) Alloys. *Phys. Rev. Lett.*, 2009, vol. 102, pp. 127201. DOI: 10.1103/PhysRevLett.102.127201.

Подана в журнал: 22.10.2018
УДК 539.533
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.090-099

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ ДЛЯ ОЦЕНКИ ИЗМЕНЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВА Fe-Ga ПРИ УВЕЛИЧЕНИИ СОДЕРЖАНИЯ ГАЛЛИЯ

В. А. Милютин^{а)*}, И. В. Гervasьева^{б)}

*Уральское отделение Российской Академии Наук, Институт физики металлов,
ул. С. Ковалевской, д. 18, Екатеринбург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-5808-3959>  milutin@imp.uran.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-8928-1707>  gervasya@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: v.a.milutin@gmail.com

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, д. 18, 620108, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 378–38–20

В работе исследованы 5 образцов сплава Fe-Ga с содержанием галлия от 13,2 до 19,7 ат. %. Для аттестации фазового состава образцов проведен рентгенофазовый анализ, а с целью установления различий по химическому составу в теле зерна и в приграничных областях проведен элементарный анализ отдельных участков структуры. Показано, что в данном сплаве имеет место ярко выраженный хрупкий излом. Для исследования механических свойств и установления характера их изменения при увеличении содержания Ga предложено использовать систему наноиндентирования. Показано увеличение микротвердости и уменьшение пластической работы индентирования по мере роста содержания галлия.

Ключевые слова: сплав Fe-Ga, инструментальное микроиндентирование, излом.

1. Введение

Аномально высокая магнитострикция насыщения обнаружена в сплаве железо-галлий в 2000 г. [1], с тех пор этот материал привлекает к себе повышенное внимание. За годы исследований было показано, что помимо высокой магнитострикции, которая в монокристалле может достигать порядка 400 ppm [2], этот материал обладает рядом уникальных свойств. В частности, магнитное насыщение происходит в поле напряженностью порядка 15 000 А/м, что существенно ниже аналогичных значений в распространенном магнитострикционном материале Tb-Dy-Fe (~80 000 А/м) [3]. Сплав железо-галлий имеет высокую точку кюри (~700 °С) [4] и, что тоже немаловажно при эксплуатации, слабую зависимость магнитных свойств от температуры [5]. Кроме того, данный материал обладает хорошей коррозионной стойкостью [6] и демпфирующими свойствами за счет магнитомеханической природы затухания внутреннего трения [7, 8]. Все эти свойства, наряду с низкой стоимостью, делают сплав Fe-Ga крайне привлекательным для использования в промышленности при производстве датчиков, приводов, источников и приемников ультразвука и других изделий.

В сплаве железо-галлий при увеличении содержания галлия примерно до 21 ат. % происходит монотонное увеличение константы магнитострикции λ_{100} [9] (рис. 1). Существенной проблемой сплава Fe-Ga является высокая хрупкость, что затрудняет изготовление изделий и образцов. В литературе приводятся примеры того, что механическая обработка при изготовлении образцов проблематична из-за разрушения образцов, особенно при комнатной температуре [10, 11]. В поисках решения этой проблемы, двойной сплав железо-галлий предлагают легировать третьим элементом, в частности В, С, Al, V, Cr, Mo, Nb [11–13], либо добавляют карбиды Zr, Nb, Ta [14, 15], однако одновременно с улучшением

механических свойств, как правило, происходит ухудшение магнитных. Относительных успехов в этом направлении удалось добиться только в последние годы с помощью легирования двойного сплава малыми добавками Tb и B [16, 17]. Другим направлением исследований является поиск нестандартных методик изготовления образцов. В ряде работ для получения ленты предлагается использовать метод разлики на быстро вращающийся медный барабан [18, 19]. В работе [3] показана возможность получить листы из сплава Fe-19 ат. % Ga по технологии производства анизотропной электротехнической стали с использованием в качестве ингибиторной фазы частиц NbC.

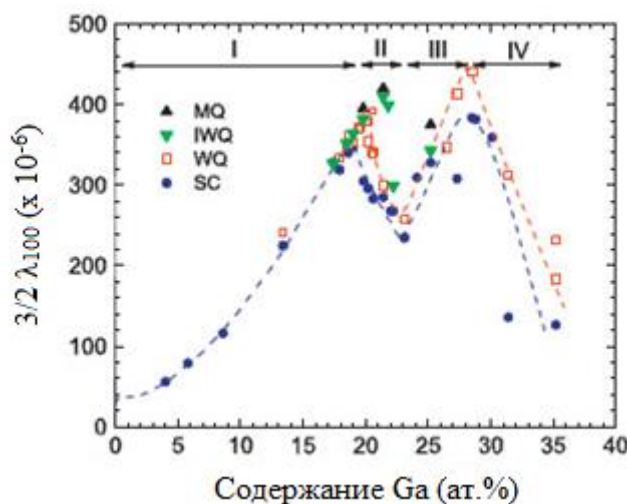


Рис. 1 . Изменение тетрагональной магнитострикции λ_{100} с увеличением содержания Ga при разных режимах охлаждения: MQ – закалка в жидкий металл (GaInSn); IWQ – закалка в ледяную воду; WQ – закалка в воду; SC – медленное охлаждение [9]

Наиболее перспективным считается способ изготовления образцов Fe-Ga с помощью зонной плавки [20], поскольку он позволяет получить образцы с острой кубической текстурой $\langle 100 \rangle \{001\}$, что благоприятно сказывается на магнитных свойствах. Тем не менее указанные методы также имеют определенные ограничения и недостатки, прежде всего это сложная с технической точки зрения реализация и дороговизна, а также повышенные требования к чистоте сплава и защитной атмосфере. Более того, из сплава Fe-Ga часто необходимо изготовить тонкие листы, поскольку высокая электрическая проводимость приводит к большим потерям на вихревые токи при частом перемагничивании. Изготовление тонких листов так или иначе включает процедуру прокатки на большие степени деформации, по этой причине необходимы дальнейшие поиски путей решения проблемы разрушения образцов при деформации. В то же время из-за хрупкости сплава проведение стандартных испытаний для определения механических свойств затруднительно, поскольку образцы могут ломаться даже при подготовительных операциях, например, при обтачивании. По этой причине в литературе имеются крайне ограниченные сведения по механическим свойствам Fe-Ga. Так в некоторых работах отмечается, что предел прочности для поликристалла Fe-17 ат. % Ga составляет порядка 350 МПа, а удлинение до разрыва около 1 %. В монокристаллическом состоянии предел прочности порядка 500 МПа, удлинение до разрыва – 2 % [10, 21].

В последние годы в экспериментальную практику вошел «безобразцовый» метод инструментального индентирования, который позволяет получить характеристики прочности и пластичности материалов. Метод основан на записи диаграммы вдавливания индентора в поверхность контролируемого материала в координатах «нагрузка–глубина» на упругоэластической стадии нагружения и разгрузки. В настоящей работе предпринята попытка проведения сравнительного анализа упругих и пластических свойств образцов сплавов с разным со-

держанием галлия методом инструментального микроиндентирования с целью установления влияния его концентрации на свойства и, в конечном итоге, на обрабатываемость сплава. Это позволит в дальнейшем выбрать наиболее оптимальное содержание галлия с точки зрения соотношения удовлетворительной обрабатываемости и магнитострикции.

2. Материал и методика

Образцы Fe-Ga были выплавлены в дуговой печи с использованием защитной атмосферы. Для уменьшения неравномерности состава каждый слиток был подвергнут 5-кратной переплавке и затем отлит в медную изложницу. После этого был проведен гомогенизирующий отжиг в вакууме при температуре 950 °C в течении 30 ч. В работе были исследованы 5 образцов с содержанием галлия 13,2 ат. %; 16,8 ат. %; 18,6 ат. %; 19,1 ат. %; 19,7 ат. %. Согласно диаграмме Fe-Ga основными фазами в сплаве с таким содержанием Ga должны быть A2, DO₃, L₁₂, и DO₂₂. Однако вследствие низкой скорости взаимодиффузии Fe и Ga формирование упорядоченных фаз происходит крайне медленно, поэтому принято пользоваться метастабильной фазовой диаграммой, согласно которой при медленном охлаждении имеет место фазовый состав A2 + DO₃ [22]. В то же время выделение упорядоченной фазы DO₃ можно подавить относительно быстрым охлаждением. Эта фаза негативным образом сказывается на свойствах, началу ее выделения соответствует область снижения магнитострикции II на рис. 1, поэтому образцы Fe-Ga, как правило, подвергают разным видам закалки или охлаждению на воздухе, чтобы исключить возможность формирования упорядоченной фазы DO₃. В данной работе образцы охлаждались на воздухе, что также препятствует формированию DO₃ фазы. Для того чтобы аттестовать фазовый состав, использовали рентгеновский дифрактометр Panalytical Empyrean. Дифрактограмма, полученная с одного из образцов (Fe-18,6 % Ga), представлена на рис. 2, на котором пиков, характерных для упорядоченной сверхструктуры, не наблюдается. Аналогичные результаты получены для всех исследуемых образцов. Структура была изучена с использованием сканирующего электронного микроскопа FEI Quanta-200. Химический анализ проводили в камере микроскопа с использованием энергодисперсионного анализатора. Для сравнительного анализа упругих и пластических свойств в работе использовали комплексную систему измерений на микро- и наноуровне Nanotest 600.

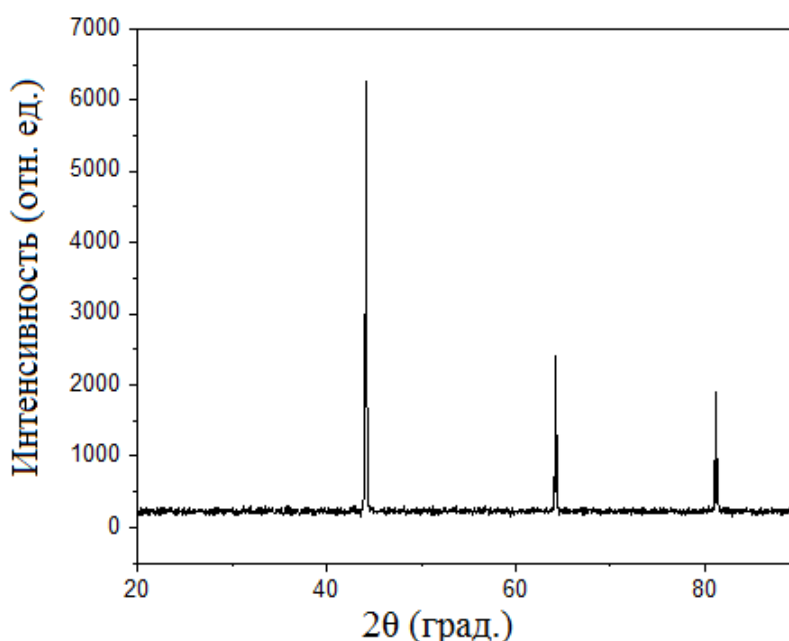


Рис. 2. Дифрактограмма, полученная с образца Fe-18,6 ат. % Ga

3. Результаты и обсуждение

Исходная структура всех образцов является типичной для литого двухкомпонентного сплава на основе железа и состоит из крупных зерен, равноосных в центре сечения слитка и вытянутых от центра к краям в средней части сечения. Какой-либо преимущественной кристаллографической ориентировки не выявлено. Как было отмечено во введении, образцы сплава Fe-Ga склонны разрушаться даже при незначительном механическом воздействии во время стандартных технологических операций, таких как токарная обработка. На рис. 3 представлены фотографии такого излома образца с 19,1 ат. % Ga. Можно видеть, что имеет место типичный межзеренный хрупкий излом [23]. Механизмом разрушения является межзеренное расщепление (рис. 3 а). Такой излом характерен для материалов с минимальной пластичностью. При большем увеличении хорошо видны террасы хрупкого скола (рис. 3 б).

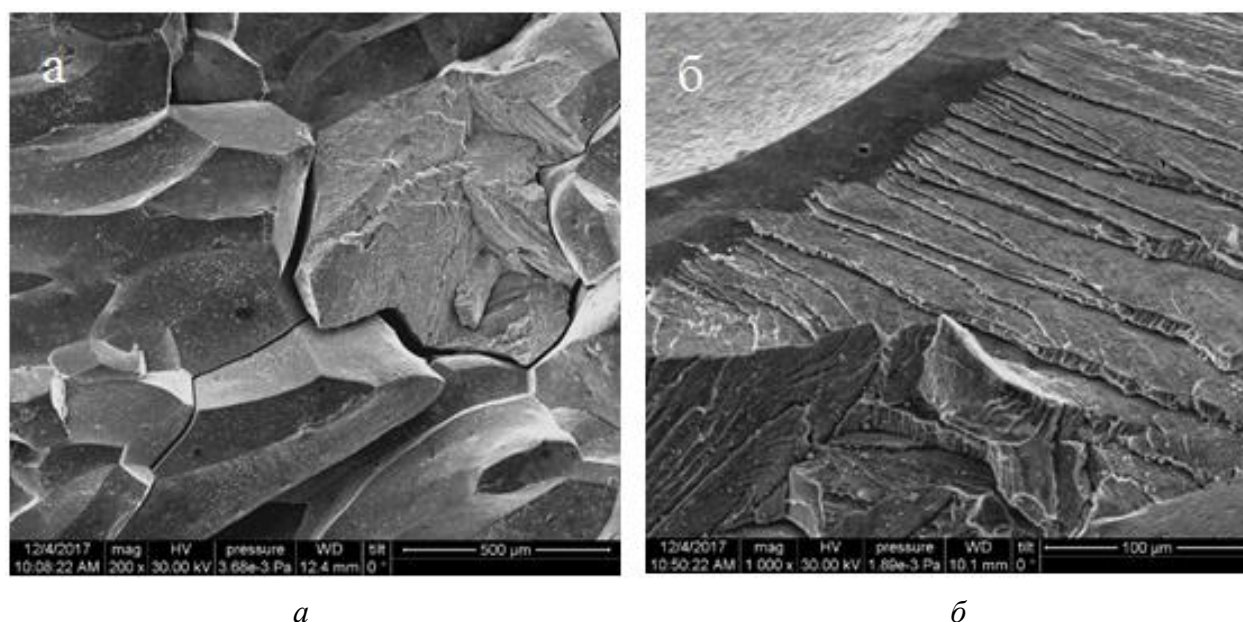


Рис. 3. Фотографии излома, полученные с помощью сканирующего электронного микроскопа при увеличении $\times 200$ (а) и $\times 1000$ (б)

Очевидно, что добавление Ga в железо оказывает охрупчивающее влияние. Как правило, такое явление связывают с сегрегацией легирующего элемента на границах зерен. Однако используемыми в данной работе методами показать существенное увеличение содержания Ga на границе напрямую не удалось. Тем не менее в некоторых случаях наблюдается незначительная тенденция, которая, впрочем, может лежать в пределах погрешности измерений. На рис. 4. приведен химический состав различных участков в теле зерна и в приграничных областях. При среднем содержании Ga 19 ат. %, эта величина на границе может достигать 20,4 % (рис. 4 а).

Исследование свойств сплавов методом микроиндентирования проводилось при комнатной температуре и нагрузке 256 мН. На рис. 5 представлены кривые, соответствующие изменению глубины проникновения индентора (а), пластической работы (б) и твердости (в) с увеличением содержания Ga. Каждая точка получена путем усреднения серии индентирований. Величина «пластическая работа» соответствует площади под кривой «нагрузка–глубина» вдавливания и приводится здесь с целью сравнительной оценки пластических свойств образцов.

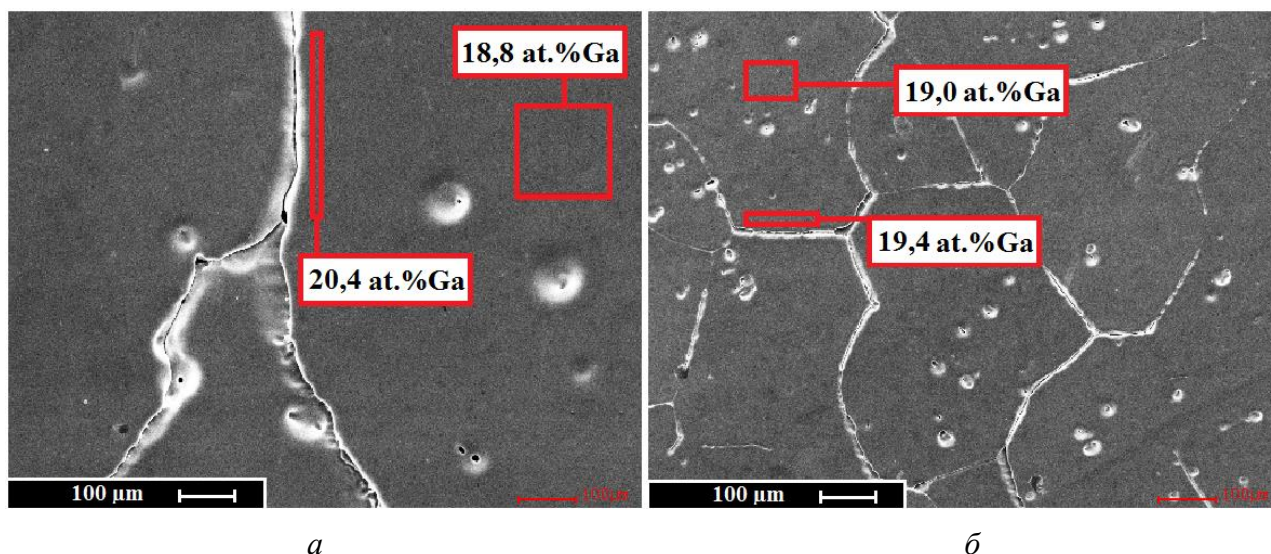


Рис. 4. Выборочный химический анализ отдельных участков структуры

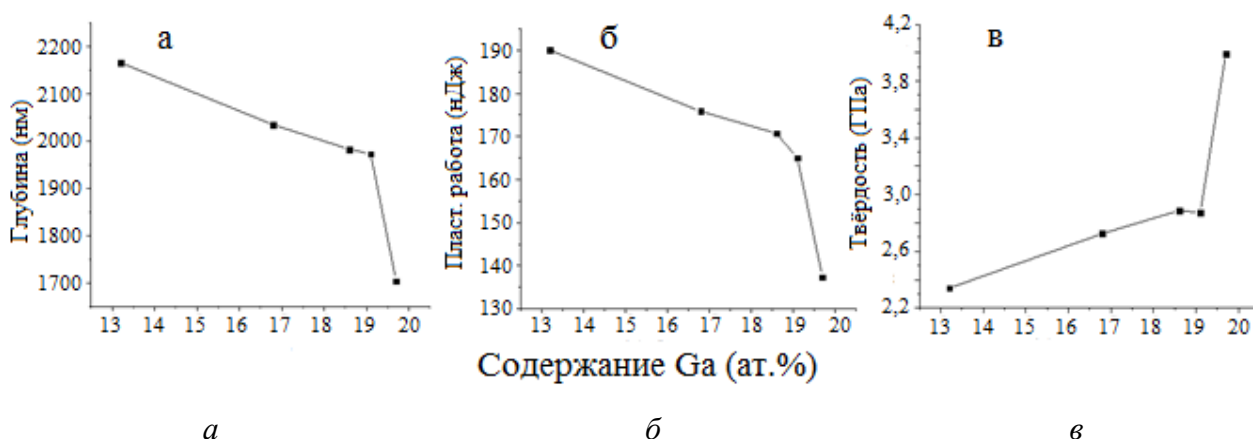


Рис. 5. Графики изменения глубины вдавливания (а), пластической работы (б) и твердости (в) при увеличении содержания Ga

Все исследованные образцы с точки зрения фазового состава представляют собой ОЦК неупорядоченный твердый раствор замещения, в котором атомы Ga занимают случайные позиции в решетке Fe. Атомный радиус галлия несколько отличается от атомного радиуса железа, очевидно, что увеличение содержания Ga усиливает искажения кристаллической решетки и повышает твердость. До 19,1 ат. % Ga увеличение твердости и уменьшение пластической работы происходит практически линейно в соответствии с законом Вегарда. Однако при переходе от 19,1 % Ga к 19,7 % происходит резкий скачок. Твердость возрастает приблизительно на 30 %, а пластическая работа существенно снижается. Вероятно, это связано с выделением нанокластеров упорядоченной фазы DO₃. Так называемая модель структурной неоднородности была предложена в работе [24], авторы предположили, что по мере приближения к границе растворимости Ga в Fe начинают формироваться нанокластеры DO₃ размером не более 15 нм. Согласно данной модели именно с выделением нанокластеров связан первый пик магнитострикции (рис. 1). Для того, чтобы экспериментально обнаружить такие структурные элементы, были проведены специальные эксперименты с использованием метода высокоразрешающей просвечивающей микроскопии (HRTEM) [25] и метода рассеяния нейтронов [26]. Кроме того, сообщается, что нанокластеры не являются идеально кубическими и имеют большую упругую деформацию [26]. В работе наличие нанокластеров напрямую не наблюдалось, но по анализу механических свойств можно сделать вывод о том,

что существенные макроскопические искажения они начинают вносить при содержании Ga 19,7 %, что связано с близостью состава к границе растворимости.

4. Заключение

В работе впервые проанализированы механические свойства сплава Fe-Ga с использованием метода инструментального микроиндентирования. Показано увеличение твердости и уменьшение пластичности с повышением содержания галлия, а также обнаружен резкий скачок свойств при 19,7 ат. % Ga. Это связывается с искажениями, вносимыми нанокластерами DO₃ фазы, о котором сообщалось в более ранних работах. Вероятно, одновременно с положительным влиянием на повышение магнитострикции такие выделения негативным образом сказываются на обрабатываемости сплава.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Магнит» № АААА-А18-118020290129-5 при частичной поддержке РФФИ (проект № 18-03-00623) и комплексной программы УрО РАН № 18-10-2-5.

Экспериментальные результаты получены с использованием оборудования ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов»

Литература

1. Magnetostrictive properties of body-centered cubic Fe-Ga and Fe-Ga-Al alloys / A. E. Clark, J. B. Restorff, M. Wun-Fogle, T. A. Lograsso, D. L. Schlager // IEEE Transactions on Magnetics. – 2000. – Vol. 36. – P. 3238–3240. – DOI: 10.1109/20.908752.
2. Structural investigations of Fe–Ga alloys: Phase relations and magnetostrictive behavior / Q. Xing, Y. Du, R. J. McQueeney, T. A. Lograsso // Acta Materialia. – 2008. – Vol. 56. – P. 4536–4546. – DOI: 10.1016/j.actamat.2008.05.011.
3. Na S., Flatau A. B. Single grain growth and large magnetostriction in secondarily recrystallized Fe–Ga thin sheet with sharp Goss (011) [100] orientation // Scripta Materialia. – 2012. – Vol. 66. – P. 307–310. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.11.020.
4. Magnetostrictive properties of galfeol alloys under compressive stress / A. E. Clark, M. Wun-Fogle, J. B. Restorff, T. A. Lograsso // Materials Transaction. – 2002. – Vol. 43. – P. 881–886. – DOI: 10.2320/matertrans.43.881.
5. Temperature and stress dependencies of the magnetic and magnetostrictive properties of Fe 0.81 Ga 0.19 / R. A. Kellogg, A. B. Flatau, A. E. Clark, M. Wun-Fogle, T. A. Lograsso // J. Appl. Phys. – 2002. – Vol. 91. – P. 7821–7823. – DOI: 10.1063/1.1452216.
6. Corrosion studies of single crystals of iron–gallium alloys in aqueous environments / T. V. Jayaraman, N. Srisukhumbowornchai, S. Guruswamy, M. L. Free // Corros. Sci. – 2007. – Vol. 49. – P. 4015–4027. – DOI: 10.1016/j.corsci.2007.05.010.
7. Golovin I. S., Riviere A. Mechanisms of anelasticity in Fe-13Ga alloy // Intermetallics. – 2011. – Vol. 19. – P. 453–459. – DOI: 10.1016/j.intermet.2010.10.017.
8. Golovin I. S. Anelasticity of Fe–Ga based alloys // Materials & Design. – 2015. – Vol. 88. – P. 577–587. – DOI: 10.1016/j.matdes.2015.08.160.
9. Xing Q., Lograsso T. A. Effect of cooling rate on magnetoelasticity and short-range order in Fe-Ga alloys // Scripta Materialia. – 2011. – Vol. 65. – P. 359–362. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.05.010.
10. Ductility, texture and large magnetostriction of Fe–Ga-based sheets / J. H. Li, X. X. Gao, J. Zhu, X. Q. Bao, T. Xia, M. C. Zhang // Scripta Materialia. – 2010. – Vol. 63. – P. 246–249. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.03.068.

11. Na S., Flatau A. B. Deformation behavior and magnetostriction of polycrystalline Fe-Ga-X (X = B, C, Mn, Mo, Nb, NbC) alloys // *Journal of Applied Physics*. – 2008. – Vol. 103. – P. 07D304. – DOI: 10.1063/1.2838772.
12. Texture evolution and magnetostriction in rolled (Fe₈₁Ga₁₉)₉₉Nb₁ alloy / J. Li, X. Gao, J. Zhu, C. He, J. Qiao, W. M. Zhang // *J. Alloys. Compd.* – 2009. – Vol. 476. – P. 529–533. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2008.09.087.
13. Ductility enhancement and magnetostriction of polycrystalline Fe-Ga based alloys / J. Li, X. Gao, J. Zhu, Jie Li, M. Zhang // *J. Alloys. Compd.* – 2009. – Vol. 484. – P. 203–206. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2009.03.008.
14. Sun A. L., Liu J. H., Jiang C. B. Microstructural characteristics and in situ reinforcement in NbC-doped Fe₈₁Ga₁₉ magnetostrictive alloys // *Materials & Design*. – 2015. – Vol. 88. – P. 1342–1346. – DOI: 10.1016/j.matdes.2015.08.150.
15. Takahashi T., Okazaki T., Furuya Y. Improvement in the mechanical strength of magnetostrictive (Fe-Ga-Al)-X-C (X = Zr, Nb and Mo) alloys by carbide precipitation // *Scr. Mater.* – 2009. – Vol. 61. – P. 5–7. – DOI: 10.1016/j.scriptamat.2008.12.032.
16. Improved magnetostriction and mechanical properties in dual-phase FeGa single crystal / Y. Wu, L. Fang, C. Meng, Y. Chen, J. Wang, J. Liu, T. Zhang, C. Jiang // *Materials Research Letters*. – 2018. – Vol. 6. – P. 327–332. – DOI: 10.1080/21663831.2018.1451403.
17. Influence of Tb on structure and properties of Fe-19%Ga and Fe-27%Ga alloys / I. S. Golovin, E. M. Balagurov, V. V. Palacheva, A. Emdadi, I. A. Bobrikov, A. Y. Churyumov, V. V. Cheverikin, A. V. Pozdniakov, A. V. Mikhaylovskaya, S. A. Golovin // *J. Alloys. Compd.* – 2016. – Vol. 707. – P. 51–56. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.09.151.
18. Magnetostriction and microstructure of the melt-spun Fe₈₃Ga₁₇ alloy / M. C. Zhang, H. L. Jiang, X. X. Gao, J. Zhu, S. Z. Zhou // *Journal of Applied Physics*. – 2006. – Vol. 99. – P. 023903. – DOI: 10.1063/1.2164528.
19. Giant magnetostriction on Fe₈₅Ga₁₅ stacked ribbon samples / G. D. Liu, L. B. Liu, Z. H. Liu, M. Zhang, J. L. Chen, J. Q. Li, G. H. Wu // *Appl. Phys. Lett.* – 2004. – Vol. 84. – P. 2124–2126. – DOI: 10.1063/1.1688452.
20. Atulasimha J., Flatau A. B. A review of magnetostrictive iron–gallium alloys // *Smart Mater. Struct.* – 2011. – Vol. 20. – P. 043001–043001. – DOI: 10.1088/0964-1726/20/4/043001.
21. Magnetic and Mechanical Properties of Polycrystalline Galfenol / E. M. Summers, T. A. Lograsso, J. D. Snodgrass, J. C. Slaughter // *Smart Structures and Materials 2004: Active Materials: Behavior and Mechanics : proceedings*. – 2004. – Vol. 448. – DOI: 10.1117/12.539781.
22. Phase equilibria and stability of ordered b.c.c. phases in the Fe-rich portion of the Fe–Ga system / O. Ikeda, R. Kainuma, I. Ohnuma, K. Fukamichi, K. Ishida // *J. Alloys. Compd.* – 2002. – Vol. 347. – P. 198–205. – DOI: 10.1016/S0925-8388(02)00791-0.
23. Pineau A., Benzerga A. A., Pardo T. Failure of metals I: Brittle and ductile fracture // *Acta Materialia*. – 2016. – Vol. 107. – P. 424–483. – DOI: 10.1016/j.actamat.2015.12.034.
24. Khachaturyan A. G., Viehland D. Structurally heterogeneous model of extrinsic magnetostriction for Fe-Ga and similar magnetic alloys: part I. decomposition and confined displacive transformation // *Metall. Mater. Trans. A*. – 2007. – Vol. 38A. – P. 2308–2316. – DOI: 10.1007/s11661-007-9253-z.
25. Nanodispersed DO₃-phase nanostructures observed in magnetostrictive Fe–19% Ga Galfenol alloys / S. Bhattacharyya, J. R. Jinschek, A. Khachaturyan, H. Cao, J. F. Li, D. Viehland // *Phys. Rev. B*. – 2008. – Vol. 77. – P. 104107. – DOI: 10.1103/PhysRevB.77.104107.
26. Role of Nanoscale Precipitates on the Enhanced Magnetostriction of Heat-Treated Galfenol (Fe_{1-x}Ga_x) Alloys / H. Cao, P. M. Gehring, C. P. Devreugd, J. A. Rodriguez-Rivera, J. Li, D. Viehland // *Phys. Rev. Lett.* – 2009. – Vol. 102. – P. 127201. – DOI: 10.1103/PhysRevLett.102.127201.

Received: 07.11.2018
Revised: 19.11.2018
Accepted: 30.11.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.100-116

ON THE NUMERICAL-ANALYTICAL APPROACHES TO SOLVING A NONLINEAR HEAT CONDUCTION EQUATION WITH A SINGULARITY

A. L. Kazakov^{1, 2, a)}, L. F. Spevak^{1, b)}, and O. A. Nefedova^{1, c)*}

¹*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
34 Komsomolskaya St., Ekaterinburg, 620049, Russian Federation*

²*Matrosov Institute for System Dynamics and Control Theory, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
134 Lermontova St., Irkutsk, 664033, Russian Federation*

a)  <http://orcid.org/0000-0002-3047-1650> ;  kazakov@icc.ru;
b)  <http://orcid.org/0000-0003-2957-6962> ;  lfs@imach.uran.ru;
c)  <http://orcid.org/0000-0003-1163-6699> ;  nefedova@imach.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: nefedova@imach.uran.ru
Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, 620049, Ekaterinburg, Russian Federation
Tel.: +7 (343) 362 30 22; fax: +7 (343) 374 53 30

The paper deals with the construction and study of solutions to a nonlinear heat conduction equation in the case of the power-law dependence of the thermal conductivity coefficient on temperature. The parabolic type of the equation degenerates in the case of the zero value of the required function. It acquires some properties typical of first-order equations; particularly, it has solutions with a free boundary in the form of a heat wave propagating at a finite velocity over the cold front. Two types of the boundary conditions are discussed: the specified law of motion of the heat front and the boundary condition specified on a static manifold, initiating a heat wave. A comparative analysis of our developed approaches to solving the boundary value problems is made; namely, local analytical solutions are constructed by the power series method, and numerical-analytical solutions are constructed based on the boundary element method on a specified finite time interval. For some particular cases, the construction reduces to the Cauchy problem for a second-order ordinary nonlinear differential equation with a singularity before the higher derivative. The solution of this equation enables a partially self-similar solution to be constructed for the initial problem. The advantages and applicability of each approach are described. Examples are considered.

Keywords: nonlinear heat conduction equation, power series, boundary element method, partially self-similar solution.

Acknowledgment

The work was partially supported by the Complex Program of UB RAS (project No. 18-1-1-5) and the RFBR, project No. 16-01-00608.

References

1. Vazquez J.L. *The Porous Medium Equation: Mathematical Theory*. Oxford, Clarendon Press, 2007, 648 p. ISBN-10: 0198569033.
2. Samarskii A.A., Galaktionov V.A., Kurdyumov S.P., Mikhailov A.P. *Blow-up in Quasilinear Parabolic Equations*. NY, Berlin, Walter de Gruyter, 1995, 534 p.
3. Zeldovich Ya.B., Kompaneets A.S. On the theory of heat transfer with a temperature-dependent heat conductivity. In: *Sbornik, posvyashchennyi 70-letiyu akademika A.F. Ioffe* [Collec-

tion in Honor of the 70th Birthday of Academician A.F. Ioffe]. Moscow, Izd. AN SSSR Publ., 1950, pp. 61–71. (In Russian).

4. Barenblatt G.I., Vishik I.M. On finite velocity of propagation of nonstationary filtration of a liquid or gas, *Prikladnaya Matematika i Mekhanika*, 1956, vol. 20, no. 3, pp. 411–417. (In Russian).

5. Oleinik O.A., Kalashnikov A.S. Chzhou Yui-Lin'. Cauchy problem and boundary problems for equations of nonstationary filtration type. *Izv. Akad. Nauk SSSR. Ser. Mat.*, 1958, vol. 22, no. 5, pp. 667–704, (In Russian).

6. Sidorov A.F. In: *Izbrannye Trudy: Matematika. Mekhanika* [Selected Works: Mathematics. Mechanics]. Moscow, Fizmatlit Publ., 2001, 576 p. (In Russian). ISBN 5-9221-0103-X.

7. Polyanin A.D., Zaytsev V.F., Zhurov A.I. Nelineynye uravneniya matematicheskoy fiziki i mekhaniki. Metody resheniya [Nonlinear Equations in Mathematical Physics and Mechanics: Solution Methods]. Moscow, Yurayt Publ., 2017, 256 p. (In Russian). ISBN 978-5-534-02317-6.

8. Kazakov A.L., Lempert A.A. Analytical and Numerical Studies of the Boundary Value Problem of a Nonlinear Filtration with Degeneration. *Vychislitelnye Tekhnologii*, 2012, vol. 17, no. 1, pp. 57–68. (In Russian).

9. Kazakov A.L., Lempert A.A. Existence and Uniqueness of the Solution of the Boundary–Value Problem for a Parabolic Equation of Unsteady Filtration. *Journal of Applied Mechanics and Technical Physic*, 2013, vol. 54, iss. 2, pp. 251–258. Available at: <https://doi.org/10.1134/S0021894413020107>.

10. Kazakov A.L., Kuznetsov P.A. On the Analytic Solutions of a Special Boundary Value Problem for a Nonlinear Heat Equation in Polar Coordinates. *Journal of Applied and Industrial Mathematics*, 2018, vol. 12, iss. 2, pp. 255–263. Available at: <https://doi.org/10.1134%2FS1990478918020060>.

11. Kazakov A.L., Kuznetsov P.A., Spevak L.F. On a Degenerate Boundary Value Problem for the Porous Medium Equation in Spherical Coordinates. *Trudy Instituta Matematiki i Mekhaniki UrO RAN*, 2014, vol. 20, no. 1, pp. 119–129. (In Russian).

12. Kazakov A.L., Spevak L.F. Boundary Elements Method and Power Series Method for One-dimensional Nonlinear Filtration Problems. *Izvestiya IGU, Seriya "Matematika"*, 2012, vol. 5, no. 2, pp. 2–17. (In Russian).

13. Kazakov A.L., Spevak L.F. Numerical and analytical studies of a nonlinear parabolic equation with boundary conditions of a special form. *Applied Mathematical Modelling*, 2013, vol. 37, iss. 10–11, pp. 6918–6928. DOI: 10.1016/j.apm.2013.02.026.

14. Kazakov A.L., Spevak L.F. An analytical and numerical study of a nonlinear parabolic equation with degeneration for the cases of circular and spherical symmetry. *Applied Mathematical Modelling*, 2015, vol. 40, iss. 2, pp. 1333–1343. DOI: 10.1016/j.apm.2015.06.038.

15. Spevak L.F., Nefedova O.A. Solving a two-dimensional nonlinear heat conduction equation with degeneration by the boundary element method with the application of the dual reciprocity method. In: *AIP Conference Proceedings*, 2016, vol. 1785, iss. 1, pp. 040077. Available at: <http://doi.org/10.1063/1.4967134>.

16. Kazakov A.L., Spevak L.F., Nefedova O.A. Solution of a two-dimensional problem on the motion of a heat wave front with the use of power series and the boundary element method. *Izvestiya IGU, Seriya "Matematika"*, 2016, vol. 18, pp. 21–37. (In Russian).

17. Banerjee P.K., Butterheld R. *Boundary element methods in engineering science*. US, McGraw-Hill Inc., 1981, 452 p. ISBN-10: 0070841209, ISBN-13: 978-0070841208.

18. Brebbia C.A., Telles J.F.C., Wrobel L.C. *Boundary Element Techniques*. Berlin, Neidelberg, New York, Tokyo, Springer-Verlag, 1984, 466 p. ISBN: 978-3-642-48862-7. DOI: 10.1007/978-3-642-48860-3.

19. Nardini D., Brebbia C.A. A New Approach to Free Vibration Analysis using Boundary Elements. *Applied Mathematical Modelling*, 1983, vol. 7, no. 3, pp. 157–162. DOI: 10.1016/0307-904X(83)90003-3.

20. Fedotov V.P., Spevak L.F. One approach to the derivation of exact integration formulae in the boundary element method. *Engineering Analysis with Boundary Elements*, 2008, vol. 32, no. 10, pp. 883–888. DOI: [10.1016/j.enganabound.2008.03.001](https://doi.org/10.1016/j.enganabound.2008.03.001)

Подана в журнал: 07.11.2018

УДК 517.958:519.633

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.100-116

О ЧИСЛЕННО-АНАЛИТИЧЕСКИХ ПОДХОДАХ К РЕШЕНИЮ НЕЛИНЕЙНОГО УРАВНЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ С ОСОБЕННОСТЬЮ

А. Л. Казаков^{1, 2, а)}, Л. Ф. Спёвак^{1, б)}, О. А. Нефедова^{1, в)*}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук,
620049, ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, Российская Федерация

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт динамики систем и теории
управления имени В.М. Матросова Сибирского отделения Российской академии наук,
664033, ул. Лермонтова, 134, Иркутск, Российская Федерация

а)  <http://orcid.org/0000-0002-3047-1650> ;  kazakov@icc.ru;
б)  <http://orcid.org/0000-0003-2957-6962> ;  lfs@imach.uran.ru;
в)  <http://orcid.org/0000-0003-1163-6699> ;  nefedova@imach.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: nefedova@imach.uran.ru

Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, 620049, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 362–30–22; факс: +7 (343) 374–53–30

Работа посвящена построению и исследованию решений нелинейного уравнения теплопроводности в случай степенной зависимости коэффициента теплопроводности от температуры. Параболический тип рассматриваемого уравнения вырождается в случае нулевого значения искомой функции. При этом оно приобретает некоторые свойства, характерные для уравнений первого порядка, в частности, обладает решениями со свободной границей типа тепловой волны, распространяющейся по холодному фону с конечной скоростью. Рассматриваются два типа краевых условий: заданный закон движения теплового фронта; краевой режим, заданный на неподвижном многообразии, инициирующий тепловую волну. Проводится сравнительный анализ подходов к решению указанных краевых задач, разработанных авторами: методом степенных рядов строятся локально-аналитические решения; на основе метода граничных элементов на заданном конечном промежутке времени строятся численно-аналитические решения. При этом для отдельных частных случаев построение сводится к задаче Коши для обыкновенного нелинейного дифференциального уравнения второго порядка с особенностью перед старшей производной. Решение этого уравнения позволяет построить для исходной задачи частично-автомодельное решение. Описаны преимущества и области применимости каждого из подходов. Рассмотрены примеры.

Ключевые слова: нелинейное уравнение теплопроводности, степенной ряд, метод граничных элементов, частично-автомодельное решение.

1. Введение

В статье обобщен накопленный к настоящему моменту опыт авторов по решению нелинейного параболического уравнения теплопроводности. Мы попытались определить место каждого из разработанных подходов, сопоставить полученные решения и определить возможные пути развития.

Рассмотрим нелинейное уравнение теплопроводности для случая степенной зависимости коэффициента теплопроводности от температуры [1, 2]

$$T_t = \alpha \operatorname{div}(T^\sigma \nabla T). \quad (1.1)$$

Здесь t – время; T – искомая функция (температура); α , σ – положительные константы; div , ∇ – дивергенция и градиент по пространственным координатам. Уравнение (1.1) стандартной подстановкой $u = T^\sigma$, $t' = \alpha t$ сводится к уравнению

$$u_t = u \Delta u + \frac{1}{\sigma} (\nabla u)^2. \quad (1.2)$$

Одним из важных и интересных видов решений уравнения (1.2) являются решения типа тепловой волны, которая распространяется по холодному (нулевому) фону с конечной скоростью. Первые примеры такого рода решений были, насколько известно авторам, предложены в статье Я.Б. Зельдовича и А.С. Компанейца [3]. В вышедших несколько позднее работах Г.И. Баренблатта [4] и О.А. Олейник [5] приведены решения (1.2) типа волн фильтрации. В классе аналитических функций последние исследовали А.Ф. Сидоров [6] и его ученики. Обзор полученных упомянутыми и некоторыми другими учеными результатов можно найти в [7].

Авторы занимаются построением решений типа тепловой волны для уравнения (1.2) с 2012 г., продолжая и развивая результаты А.Ф. Сидорова. В работах [8, 9] рассматривался одномерный случай, статья [10] посвящена двумерному, а [11] – трехмерному случаям. Также к 2012 г. относится первый опыт применения авторами метода граничных элементов (МГЭ) к построению решений типа тепловой волны с заданным фронтом для уравнения (1.2) в плоскосимметричном случае [12], при этом для верификации результатов расчетов использованы отрезки степенных рядов. Позднее разработанный подход к решению с помощью МГЭ был распространен на случаи других краевых режимов [13], а также на задачи с круговой и сферической симметриями [14]. Далее были разработаны алгоритмы решения двумерных задач [15, 16].

Важным вопросом при проведении численных расчетов является верификация их результатов. Хорошим инструментом для этого является сравнение с точными решениями рассматриваемого уравнения. Некоторые из них можно найти в [2, 7].

Настоящая статья в основном носит обзорный характер. В ней проводится сравнительный анализ разработанных авторами подходов к исследованию краевых задач, имеющих решения типа тепловой волны: методом степенных рядов строятся аналитические решения в малой окрестности начального момента времени; на основе метода граничных элементов на заданном конечном промежутке времени строятся численно-аналитические решения. Описаны преимущества и области применимости каждого из подходов. Также приводятся и некоторые новые, ранее неопубликованные результаты. Так, для задачи о движении тепловой волны с заданным фронтом строятся точные (частично-автомодельные) решения. При этом построение сводится к задаче Коши для обыкновенного нелинейного дифференциального уравнения второго порядка с особенностью перед старшей производной. Проводятся численные расчеты, для верификации результатов которых используются найденные точные решения.

2. Постановка краевых задач

В одномерном случае уравнение (1.2) имеет вид

$$u_t = uu_{pp} + \frac{1}{\sigma} u_p^2 + \frac{\nu}{\rho} uu_p. \quad (2.1)$$

Здесь ρ – пространственная координата; параметр ν принимает значения 0; 1; 2 для задач теплопроводности на прямой, на плоскости (задачи с круговой симметрией) и в пространстве (задачи со сферической симметрией) соответственно.

Уравнение (2.1) имеет решение типа тепловой волны при каждом из следующих краевых условий:

$$u|_{\rho=a(t)} = 0, \quad (2.2)$$

$$u|_{\rho=R} = f(t). \quad (2.3)$$

Здесь $a'(0) > 0$; $f(0) = 0$; $f'(0) > 0$; при $\nu = 0$ $a(0) = 0$; $R = 0$, при $\nu = 1, 2$ $a(0) > 0$; $R > 0$. Задача (2.1), (2.2) называется задачей о движении теплового фронта. Задача (2.1) и (2.3) является задачей об иницировании тепловой волны.

В двумерном случае уравнение (1.2) имеет вид

$$u_t = u(u_{x_1 x_1} + u_{x_2 x_2}) + \frac{1}{\sigma} (u_{x_1}^2 + u_{x_2}^2). \quad (2.4)$$

Здесь x_1, x_2 – пространственные координаты. Закон движения фронта тепловой волны, аналогичный (2.2), задается краевым условием

$$u|_{b(t, x_1, x_2)=0} = 0, \quad (2.5)$$

где уравнение $b(t, x_1, x_2) = 0$ в каждый момент времени определяет фронт тепловой волны $S^{(t)}$ – замкнутую гладкую линию, ограничивающую область $V^{(t)}$, содержащую начало координат. Предполагается, что если $t_1 < t_2$, то $V^{(t_1)} \subset V^{(t_2)}$. Задача о движении тепловой волны состоит в определении функции $u = u(t, x_1, x_2)$ в области $t \in [0, t_*]$, $x(x_1, x_2) \in \Omega^{(t)}$, где $\Omega^{(t)}$ – область, ограниченная границами $S^{(0)}$ и $S^{(t)}$.

Задача об иницировании тепловой волны также определяется краевым условием, заданным на замкнутой линии:

$$u|_{a(x_1, x_2)=0} = f(t, x_1, x_2). \quad (2.6)$$

Здесь уравнение $a(x_1, x_2) = 0$ задает замкнутую гладкую линию, ограничивающую область, содержащую начало координат, $f(0, x_1, x_2) = 0$; $f_t(0, x_1, x_2) > 0$.

В полярных координатах уравнения (2.4)–(2.6) имеют следующий вид:

$$u_t = uu_{\rho\rho} + \frac{u^2}{\sigma} + \frac{uu_{\rho}}{\rho} + \frac{1}{\rho^2} \left(\frac{u_{\varphi}^2}{\sigma} + uu_{\varphi\varphi} \right); \quad (2.7)$$

$$u|_{\rho=b(t, \varphi)} = 0; \quad (2.8)$$

$$u|_{\rho=R(\varphi)} = f(t, \varphi). \quad (2.9)$$

Отметим, что для всех поставленных выше задач характерно общее свойство: на фронте тепловой волны обращается в нуль множитель перед второй производной по координате ρ , что приводит к вырождению параболического типа уравнения.

3. Аналитическое решение методом степенных рядов

Построение решений в виде специальных рядов является одним из основных методов исследования краевых задач математической физики с вырождением, применяемых в научной школе ак. А.Ф. Сидорова [6], к которой принадлежит один из авторов статьи.

Запишем краевые условия для уравнения (2.1) в виде

$$u|_{\rho=a(t)} = f(t). \quad (3.1)$$

Легко видеть, что (2.2) и (2.3) являются частными случаями (3.1). Будем предполагать, что

$$a(0) > 0, \quad f(0) = 0, \quad f'(0) \geq 0, \quad [a'(0)]^2 + [f'(0)]^2 > 0. \quad (3.2)$$

Кроме того, пусть функции $a(t)$, $f(t)$ являются аналитическими, т. е. совпадают в некоторой окрестности $a(t)$ со своим тейлоровским разложением:

$$a(t) = \sum_{k=0}^{\infty} \frac{a_k}{k!} t^k, \quad a_k = \left. \frac{d^k a(t)}{dt^k} \right|_{t=0}; \quad f(t) = \sum_{k=0}^{\infty} \frac{f_k}{k!} t^k, \quad f_k = \left. \frac{d^k f(t)}{dt^k} \right|_{t=0}. \quad (3.3)$$

Решение задачи (2.1) и (3.1) строится в виде кратного степенного ряда:

$$u = \sum_{k,l=0}^{\infty} \frac{u_{k,l}}{k!l!} t^k r^l, \quad u_{k,l} = \left. \frac{\partial^{k+l} u}{\partial t^k \partial r^l} \right|_{t=0, r=0}. \quad (3.4)$$

Здесь $r = \rho - a(t)$. При этом из (3.1) имеем, что $u_{k,0} = f_k$, в том числе $u_{0,0} = f_0 = 0$; $u_{1,0} = f_1$. Для нахождения $u_{0,1}$ положим в уравнении (2.1) $t = r = 0$. С учетом (3.2) получаем квадратное уравнение $f_1 = u_{0,1}^2 / \sigma + a_1 u_{0,1}$, имеющее два действительных корня

$$u_{0,1} = -\frac{\sigma a_1}{2} \pm \sqrt{\left(\frac{\sigma a_1}{2}\right)^2 + \sigma f_1}. \quad (3.5)$$

Выбор знака перед корнем соответствует выбору направления движения тепловой волны (к началу координат или от него). Дальнейшее построение коэффициентов ряда (3.4) производится индукцией по суммарному порядку дифференцирования $n = k + l$. При этом, как легко убедиться, база индукции уже сформирована.

Пусть найдены коэффициенты до порядка n включительно. Тогда, чтобы найти коэффициенты порядка $n + 1$, продифференцируем уравнение (2.1) k раз по t , $n - k$ раз по r , изменяя k от нуля до n , и положим $t = r = 0$. Получим трехдиагональную систему линейных алгебраических уравнений (СЛАУ) порядка n . Вид системы здесь не приводится из-за громоздкости [14]. Отметим здесь лишь, что хотя условие диагонального преобладания для упомянутой СЛАУ, вообще говоря, не выполняется, она является крамеровской, что обеспечивает однозначную определенность коэффициентов ряда (3.4).

Двумерный случай рассматривается аналогично. Краевые условия для уравнения (2.7) записываются в виде

$$u|_{\rho=b(t,\varphi)} = f(t, \varphi), \quad (3.6)$$

который обобщает (2.8) и (2.9). Решение задачи (2.7) и (3.6) строится в виде ряда (3.4) с коэффициентами, которые определяются на первом шаге при решении квадратного уравнения, а на последующих – при решении невырожденных трехдиагональных СЛАУ, с той разницей, что их значения будут уже не константами, а функциями переменной φ .

Отметим, что сходимость построенных рядов обеспечивают ранее доказанные утверждения. Так, авторами ранее были обоснованы теоремы существования и единственности аналитических решений в одномерном [8, 9] и двумерном [10] случаях.

Метод степенных рядов позволяет построить в области сходимости последних решений с любой наперед заданной точностью. Однако сходятся ряды, как правило, в малой окрестности начального момента времени $t = 0$, причем оценить ее снизу удастся только в некоторых частных случаях. Указанное обстоятельство вынуждает при проведении численных расчетов искать альтернативные подходы, одним из которых является применение метода граничных элементов.

4. Алгоритмы решения методом граничных элементов

Стандартный подход к решению методом граничных элементов линейных уравнений параболического типа предполагает использование фундаментального решения параболического сингулярного уравнения, зависящего от времени [17, 18]. Нелинейность и вырождающийся тип уравнения (1.2) делают такой подход невозможным. Еще одним фактором, затрудняющим стандартный подход к решению, является изменяющаяся во времени область решения краевой задачи – область ненулевых значений искомой функции u . В связи с этим в работах [11–16] авторами был предложен следующий подход к применению МГЭ для решения краевых задач, поставленных в п. 2.

Задачи решаются по шагам по времени. На каждом шаге $t = t_k$ уравнение (1.2) представляется в виде уравнения Пуассона:

$$\Delta u = \frac{1}{u} \left(u_t - \frac{(\nabla u)^2}{\sigma} \right). \quad (4.1)$$

4.1. Применение МГЭ для решения одномерных задач

В одномерных случаях на шаге $t = t_k$ решается краевая задача в области $\Omega_k: \rho \in [R, L]$, $L = a(t_k)$. Для задачи (2.1) и (2.2) область Ω_k является известной, уравнение (4.1) решается при граничных условиях

$$u|_{\rho=L} = 0; \quad (4.2)$$

$$q|_{\rho=L} = -\sigma a'(t_k). \quad (4.3)$$

Здесь $q = \frac{\partial u}{\partial n}$ – поток; n – внешняя нормаль к границе области решения задачи, $n(R) = -1$; $n(L) = 1$; условие (4.3) выполняется для решения уравнения (4.1) вдоль нулевого фронта тепловой волны.

Для задачи (2.1) и (2.3) параметр L , а следовательно, и область Ω_k , не заданы краевым условием (фронт тепловой волны неизвестен). В этом случае уравнение (4.1) решается при граничном условии

$$u|_{\rho=R} = f(t_k) \quad (4.4)$$

и условиях (4.2) и (4.3) на неизвестном тепловом фронте. При этом значение $L = a(t_k)$ (фронт волны) определяется в процессе решения.

Решение задач в плоскосимметричном случае ($v=0$ в уравнении (2.1)) строится с использованием фундаментального решения для одномерных задач эллиптического типа [17]. Поскольку правая часть уравнения (4.1) зависит от искомой функции, решение находится итерационно. Итерационная процедура для задачи (4.1)–(4.3) при заданном фронте волны выглядит следующим образом:

$$u^{(n)}(\xi) = q_1^{(n)} u^*(\xi, R) - \sigma a'(t_k) u^*(\xi, L) - u_1^{(n)} q^*(\xi, R) - \int_R^L \frac{1}{u^{(n)}} \left(u_t^{(n)} - \frac{(u_\rho^{(n)})^2}{\sigma} \right) u^*(\xi, x) dx, \quad (4.5)$$

где $u^*(\xi, x)$ – фундаментальное решение для одномерных задач [17]; $q^*(\xi, x) = \frac{\partial u^*(\xi, x)}{\partial n}$;

$u^{(n)}(\xi)$ – n -я итерация решения; $u^{(0)}(\xi) \equiv 0$, $u_1^{(n)} = u^{(n)}(L)$; $q_1^{(n)} = \frac{\partial u^{(n)}}{\partial n} \Big|_{\xi=L}$ – n -е итерации

граничных значений искомой функции и потока, определяемые из системы граничных интегральных уравнений [17].

Процедура решения для задачи об инициации тепловой волны, (4.1)–(4.4), отличается добавлением к системе граничных интегральных уравнений разностной аппроксимации условия (4.3) для определения дополнительной неизвестной L [12, 13].

Решение задачи в случае круговой симметрии ($v=1$) строится с использованием фундаментального решения для двумерных задач теории потенциала [18]. Итерационное решение методом граничных элементов двумерной задачи (4.1)–(4.3) с круговой симметрией на шаге $t = t_k$ сводится к процедуре

$$u^{(n)}(\rho_\xi) = q_1^{(n)} \bar{u}^*(\rho_\xi, R) - \sigma a'(t_k) \bar{u}^*(\rho_\xi, L) - u_1^{(n)} \bar{q}^*(\rho_\xi, R) - \int_R^L \frac{1}{u^{(n)}} \left(u_t^{(n)} - \frac{(u_\rho^{(n)})^2}{\sigma} \right) \bar{u}^*(\rho_\xi, \rho_x) d\rho_x, \quad (4.6)$$

где ρ_ξ , φ_ξ – полярные координаты точки ξ ; ρ_x , φ_x – полярные координаты точки x ;

$\bar{u}^*(\rho_\xi, \rho_x) = \rho_x \int_0^{2\pi} u^*(\xi, x) d\varphi_x$; $\bar{q}^*(\rho_\xi, \rho_x) = \rho_x \int_0^{2\pi} q^*(\xi, x) d\varphi_x$ – специальное фундаментальное

решение для случая круговой симметрии; $u^*(\xi, x)$ – фундаментальное решение для

двумерных задач [18]; $q^*(\xi, x) = \frac{\partial u^*(\xi, x)}{\partial n}$. Специальное фундаментальное решение было найдено в аналитическом виде:

$$\bar{u}^*(\rho_\xi, \rho_x) = \begin{cases} -\rho_x \ln \rho_x, & \rho_\xi \leq \rho_x \\ -\rho_x \ln \rho_\xi, & \rho_\xi > \rho_x \end{cases}. \quad (4.7)$$

Решение задачи о движении теплового фронта (4.1)–(4.3) на шаге $t = t_k$ в случае сферической симметрии ($v = 2$) сводится к итерационной процедуре (4.6), в которой $\bar{u}^*(\rho_\xi, \rho_x) = \rho_x \int_0^{\pi} \int_0^{2\pi} u^*(\xi, x) d\varphi_x d\vartheta_x$; $\bar{q}^*(\rho_\xi, \rho_x) = \int_0^{\pi} \int_0^{2\pi} q^*(\xi, x) d\varphi_x d\vartheta_x$; ρ , φ , ϑ – сферические координаты; $u^*(\xi, x)$ – фундаментальное решение для трехмерных задач [18]; $q^*(\xi, x) = \frac{\partial u^*(\xi, x)}{\partial n}$. Специальное фундаментальное решение для этого случая также было найдено в аналитическом виде:

$$\bar{u}^*(\rho_\xi, \rho_x) = \begin{cases} \rho_x, & \rho_\xi \leq \rho_x \\ \frac{\rho_x^2}{\rho_\xi}, & \rho_\xi > \rho_x \end{cases}. \quad (4.8)$$

Решение задачи об инициации тепловой волны, (4.1)–(4.4), в случаях $v = 1, 2$, аналогично плоскосимметричному случаю, отличается добавлением к системе граничных интегральных уравнений разностной аппроксимации условия (4.3) для определения дополнительной неизвестной L .

Отметим, что интегралы по области решения задачи, входящие в (4.5) и (4.6), вычисляются с использованием метода двойственной взаимности [19].

Построенные алгоритмы позволяют найти для каждого значения времени $t = t_k$ непрерывные по пространственной переменной решения исходных задач о движении теплового фронта и об иницировании тепловой волны. С помощью разработанных алгоритмов было решено большое количество задач. Сравнение построенных решений с известными точными решениями дало хорошие результаты. Стоит отметить при этом, что точность решения задач о движении теплового фронта была несколько выше, чем для задач об иницировании волны. Кроме того, существенное отличие при решении двух типов задач было отмечено относительно сходимости итерационных процедур. При решении задач о движении теплового фронта наблюдалась устойчивая хорошая сходимость, в то время как итерационные процедуры для задач об инициации волны сходились нестабильно и не для всех граничных условий. Это объясняется, безусловно, тем, что область решения задачи об иницировании волны на каждом шаге неизвестна.

4.2. Применение МГЭ для решения двумерных задач

Пошаговое решение двумерной задачи о движении теплового фронта (2.4) и (2.5) производится следующим образом. На шаге $t = t_k$ в области $\Omega^{(t_k)}$ рассматривается уравнение Пуассона (4.1) с граничными условиями, вытекающими из условий (2.5):

$$u|_{x \in S^{(t_k)}} = 0, \quad (4.9)$$

$$q|_{x \in S^{(t_k)}} = \frac{\sigma b_t}{\sqrt{b_{x_1}^2 + b_{x_2}^2}}. \quad (4.10)$$

Итерационное решение задачи (4.1), (4.9) и (4.10) методом граничных элементов приводит к соотношению

$$\begin{aligned} u^{(n)}(\xi) = & \sum_{j=1}^N \left(q_j^{(n)} \int_{e_j} u^*(\xi_i, x) dx - u_j^{(n)} \int_{e_j} q^*(\xi_i, x) dx \right) - \\ & - \int_{\Omega^{(t_k)}} \frac{1}{u^{(n-1)}} \left(u_t^{(n-1)} - \frac{(u_{x_1}^{(n-1)})^2 + (u_{x_2}^{(n-1)})^2}{\sigma} \right) u^*(\xi, x) d\Omega(x), \end{aligned} \quad (4.11)$$

где $u^*(\xi, x)$; $q^*(\xi, x)$ соответствуют двумерным задачам [18] e_i ; $i = 1, \dots, N$, – граничные элементы с постоянной аппроксимацией, на которые разбита граница области $\Omega^{(t_k)}$, ξ_i – соответствующие им узлы, $u_i^{(n)}$; $q_i^{(n)}$ – n -е итерации узловых значений искомой функции и потока, которые на каждой итерации определяются из решения системы граничных интегральных уравнений:

$$\begin{aligned} \frac{1}{2} u_i = & \sum_{j=1}^N \left(q_j \int_{e_j} u^*(\xi_i, x) dx - u_j \int_{e_j} q^*(\xi_i, x) dx \right) - \\ & - \int_{\Omega^{(t_k)}} \frac{1}{u^{(n-1)}} \left(u_t^{(n-1)} - \frac{(u_{x_1}^{(n-1)})^2 + (u_{x_2}^{(n-1)})^2}{\sigma} \right) u^*(\xi_i, x) d\Omega(x), \quad i = 1, \dots, N. \end{aligned} \quad (4.12)$$

Отметим, что неизвестными в системе (4.12) являются лишь значения искомой функции и потока на элементах, не заданные граничными условиями (4.9) и (4.10), т. е. на элементах границы $S^{(0)}$. Отсюда следует необходимость соблюдать равенство числа элементов, лежащих на $S^{(0)}$, числу элементов на $S^{(t_k)}$. Все интегралы по граничным элементам вычисляются с помощью точных аналитических формул [20]. Интегралы по области $\Omega^{(t_k)}$, входящие в соотношения (4.11) и (4.12), сводятся к интегралам по ее границе с помощью метода двойственной взаимности [19].

Представленный алгоритм позволяет построить на каждом шаге по времени $t = t_k$ непрерывное по пространственным координатам решение исходной задачи (2.4) и (2.5). Алгоритм был реализован для большого количества задач [15, 16]. Сравнение полученных решений с известными точными решениями показало высокую точность расчетов.

Решение задачи об инициировании тепловой волны (2.4) и (2.6) аналогичным образом невозможно, поскольку нулевой фронт $S^{(t_k)}$ в каждый момент времени неизвестен, и определить его в процессе решения не представляется возможным ввиду необходимости

вычисления интегралов по неизвестной области $\Omega^{(t_k)}$ и неизвестным граничным элементам. Для решения двумерных задач об инициировании тепловой волны, а также для улучшения сходимости итерационных процедур при решении одномерных задач об инициировании тепловой волны, была использована специальная замена переменных, описанная в следующем разделе.

5. Замена переменных для решения задач об инициировании волны

Для решения одномерной задачи об инициировании тепловой волны поменяем местами искомую функцию u и пространственную переменную ρ в уравнении (2.1). Подобная замена в уравнении ранее использовалась в работах А.Ф. Сидорова [6]. Замена будет корректной в случае монотонной функции $f(t)$, тогда в текущий момент времени $t = t_k$ функция $u(t_k, \rho)$ является обратимой. Для обратной к ней функции $\rho = \rho(t_k, u)$ уравнение (2.1) примет вид:

$$\rho_t \rho_u^2 = u \rho_{uu} - \frac{\rho_u}{\sigma} - \frac{\nu u \rho_u^2}{\rho}. \quad (5.1)$$

Граничное условие (2.3) можно записать следующим образом:

$$\rho|_{u=f(t)} = R. \quad (5.2)$$

Таким образом, решение задачи (2.1) и (2.3) в каждый момент времени будет обратной функцией к решению задачи (5.1) и (5.2). Решение последней в свою очередь на каждом шаге по времени $t = t_k$ можно свести к решению в известной области W_k : $u \in [0, L]$, $L = f(t_k)$, следующей краевой задачи:

$$\rho_{uu} = \frac{1}{u} \left(\rho_t \rho_u^2 + \frac{\rho_u}{\sigma} \right) + \frac{\nu \rho_u^2}{\rho}; \quad (5.3)$$

$$\rho|_{u=L} = R. \quad (5.4)$$

Неизвестный нулевой фронт для исходной задачи соответствует значениям искомой функции $\rho(t_k, u)$ при $u = 0$:

$$\rho|_{u=0} = a(t_k). \quad (5.5)$$

Из условия (4.3) следует:

$$q^{(\rho)}|_{u=0} = \frac{\partial \rho}{\partial n}|_{u=0} = \frac{1}{\sigma a'(t_k)}. \quad (5.6)$$

Здесь $q^{(\rho)}$ – поток для функции $\rho(t, u)$. Итерационный алгоритм решения задачи (5.3), (5.4) и (5.6) методом граничных элементов, аналогичный описанным в предыдущем разделе алгоритмам решения одномерных задач о движении теплового фронта, позволит найти

на каждом шаге по времени непрерывную функцию $\rho = \rho(t_k, u)$, обратную к решению исходной задачи. Непрерывность обеспечивает обращение без потери точности.

Вычислительный эксперимент показал устойчивую сходимость итерационных процедур и повышение точности решения задач об инициировании волны по сравнению с решениями в исходных обозначениях, описанными в разд. 4.

Рассмотрим теперь двумерную задачу об инициировании тепловой волны в полярных координатах (2.7) и (2.9). В момент времени $t = t_k$ область решения задачи (область ненулевых значений искомой функции $u(t_k, \rho, \varphi)$) ограничена линией $\rho = R(\varphi)$ и нулевым фронтом – неизвестной линией $\rho = b(t_k, \varphi)$. Отметим, что $b(0, \varphi) = R(\varphi)$. Поменяем местами в задаче (2.7) и (2.9) искомую функцию u и координату ρ , а затем сделаем замену переменной $v = u + 1$. Уравнение (2.7) для новой искомой функции $\rho(t_k, v, \varphi)$ примет следующий вид:

$$\rho_t \rho_v^2 = (v-1) \left(\rho_{vv} - \frac{\rho_v^2}{\rho} - \frac{\rho_v (\rho_{v\varphi} \rho_\varphi - \rho_{\varphi\varphi} \rho_v)}{\rho^2} \right) - \frac{1}{\sigma} \left(\rho_v + \frac{\rho_v \rho_\varphi^2}{\rho^2} \right). \quad (5.7)$$

Будем рассматривать далее переменные v, φ как полярные координаты в плоскости декартовых координат ξ, η : $\xi = v \cos \varphi$, $\eta = v \sin \varphi$. Краевое условие (2.9) примет на шаге $t = t_k$ вид

$$\rho|_{v=1+f(t_k, \varphi)} = R(\varphi). \quad (5.8)$$

Условие $v = 1 + f(t_k, \varphi)$ задает в плоскости координат ξ, η в каждый момент времени замкнутую линию $C^{(t_k)}$, ограничивающую область $U^{(t_k)}$, содержащую начало координат, при этом $C^{(0)}$ – окружность единичного радиуса с центром в начале координат.

Решению задачи (2.7) и (2.9) на шаге $t = t_k$ в новых переменных соответствует задача (5.7) и (5.8), состоящая в определении функции $\rho = \rho(t_k, v, \varphi)$, $(v, \varphi) \in W^{(t_k)}$, где $W^{(t_k)}$ – известная в каждый момент область, ограниченная линиями $C^{(0)}$ и $C^{(t_k)}$. В свою очередь задача (5.7) и (5.8) сводится к краевой задаче в области $W^{(t_k)}$ для уравнения Пуассона

$$\Delta \rho = \frac{1}{v-1} \left(\rho_t \rho_v^2 + \frac{1}{\sigma} \left(\rho_v + \frac{\rho_v \rho_\varphi^2}{\rho^2} \right) \right) + \frac{\rho_v}{v} + \frac{\rho_{\varphi\varphi}}{v^2} + \frac{\rho_v^2}{\rho} + \frac{\rho_v (\rho_{v\varphi} \rho_\varphi - \rho_{\varphi\varphi} \rho_v)}{\rho^2} \quad (5.9)$$

с граничными условиями (5.8) и

$$q^{(\rho)}|_{v=1} = \frac{\partial \rho}{\partial n}|_{v=1} = \frac{1}{\sigma \rho_t} \left(1 + \frac{\rho_\varphi^2}{\rho^2} \right). \quad (5.10)$$

Итерационное решение задачи (5.9), (5.8) и (5.10) методом граничных элементов, аналогично решению двумерной задачи о движении теплового фронта, описанному в предыдущем разделе, позволит определить на каждом шаге $t = t_k$ непрерывную по пространственным переменным функцию $\rho = \rho(t_k, v, \varphi)$, обратную к решению исходной задачи.

Таким образом, преобразование переменных позволило построить алгоритм численного решения двумерной задачи об иницировании тепловой волны с помощью метода граничных элементов.

6. Частично-автомодельные решения

Важным этапом всякого численного исследования нелинейных уравнений математической физики является проверка корректности результатов вычислительного эксперимента. Одним из наиболее простых и эффективных способов этого является сравнение последних с точными решениями. Будем искать решения задачи (2.1) и (2.2) в случае круговой симметрии ($\nu = 1$) в виде

$$u = \lambda(t)w(z), \quad z = 1 - \frac{\rho}{a(t)}. \quad (6.1)$$

Решения подобного вида будем называть частично-автомодельными. Подставив (6.1) в уравнение, после приведения подобных и умножения обеих частей на $a^2(t)/\lambda^2(t)$ получим

$$ww'' + \frac{1}{\sigma}(w')^2 + \left[\frac{a(t)a'(t)}{\lambda(t)}(z-1) + \frac{w}{z-1} \right] w' - \frac{a^2(t)\lambda'(t)}{\lambda^2(t)} w = 0. \quad (6.2)$$

Утверждение 1. Уравнение (6.2) является относительно $w(z)$ обыкновенным дифференциальным тогда и только тогда, когда закон движения фронта тепловой волны $a(t)$ является либо показательной, либо степенной функцией.

Доказательство. Можно видеть, что (6.2) будет обыкновенным дифференциальным уравнением (ОДУ), в котором искомой функцией является $w(z)$, тогда и только тогда, когда выполнены равенства

$$\frac{a(t)a'(t)}{\lambda(t)} = A = \text{const}, \quad \frac{a^2(t)\lambda'(t)}{\lambda^2(t)} = B = \text{const}. \quad (6.3)$$

Проинтегрировав систему (6.3), можно убедиться, что, если $A/B^2 = 2$, решением является показательная функция $a(t) = C_1 e^{C_2 t}$; если же $A/B^2 \neq 2$ – степенная функция $a(t) = (C_3 t + C_4)^\omega$. Здесь C_i , $i = 1, \dots, 4$; ω – константы. Утверждение доказано.

При выполнении условий утверждения 1 уравнение (6.2) может быть записано в виде

$$ww'' + \frac{1}{\sigma}(w')^2 + \left[z - 1 + \frac{w}{z-1} \right] w' - \eta w = 0, \quad (6.4)$$

где $\eta = 2$ в случае показательного закона движения фронта тепловой волны; $\eta = (2\omega - 1)/\omega$ в случае степенного закона движения. Условие (2.2) переходит в

$$w(0) = 0. \quad (6.5)$$

В соответствии с физическим смыслом задачи будем требовать, чтобы $w'(0) > 0$. Тогда условием совместности уравнения (6.4) является равенство

$$w'(0) = \sigma. \quad (6.6)$$

Существование и единственность аналитического решения задачи Коши (6.4)–(6.6) следует из ранее полученных результатов авторов [10].

Таким образом, получены следующие частично-автомодельные решения задачи (2.1) и (2.2) в случае круговой симметрии ($\nu = 1$):

$$u = \begin{cases} C_1^2 C_2 e^{2C_2 t} w(z), & z = 1 - \frac{\rho}{C_1 e^{C_2 t}}, \\ C_3 \omega (C_3 t + C_4)^{2\omega-1} w(z), & z = 1 - \frac{\rho}{(C_3 t + C_4)^\omega}. \end{cases} \quad (6.7)$$

Здесь функция $w(z)$ удовлетворяет задаче Коши (6.4)–(6.6) с соответствующим значением параметра η .

При некоторых значениях входящих констант решение задачи (6.4)–(6.6) можно получить в квадратурах и, соответственно, записать (6.7) в виде конечной формулы. Построенные частично-автомодельные решения используются для верификации расчетов в следующем разделе.

7. Примеры

В качестве первого примера рассмотрим задачу о движении теплового фронта в случае круговой симметрии, когда закон движения фронта тепловой волны задан показательной функцией:

$$u_t = uu_{\rho\rho} + \frac{1}{\sigma} u_\rho^2 + \frac{1}{\rho} uu_\rho; \quad (7.1)$$

$$u|_{\rho=e^t} = 0. \quad (7.2)$$

Задача (7.1) и (7.2) была решена методом граничных элементов с помощью алгоритма, описанного в разд. 4. Решение было построено на интервале $t \in [0, 1]$ с шагом $h = 0,01$ при $\sigma = 3$. Для верификации решения было использовано частично-автомодельное решение

$$u(t, \rho) = e^{2t} w(z), \quad z = 1 - \frac{\rho}{e^t}, \quad (7.3)$$

где $w(z)$ – решение соответствующей задачи (6.4)–(6.6).

На рис. 1 показано сравнение полученных решений, демонстрирующее высокую степень их близости.

Аналогичное сравнение было проведено при краевом условии, соответствующем линейному закону движения теплового фронта:

$$u|_{\rho=t+1} = 0. \quad (7.4)$$

Показанные на рис. 2 решение МГЭ и частично-автомодельное решение также достаточно близки.

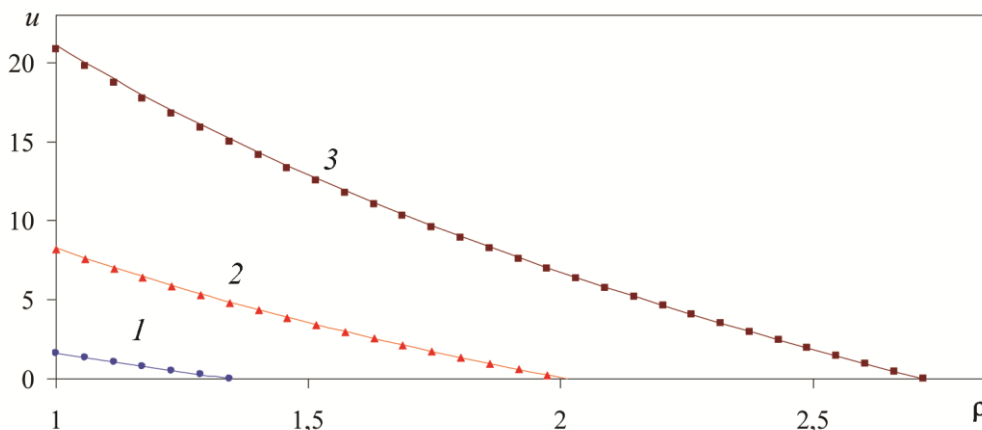


Рис. 1. Сравнение решения МГЭ и частично-автомодельного решения для показательного закона движения фронта тепловой волны: 1 – $t = 0,3$; 2 – $t = 0,7$; 3 – $t = 1$

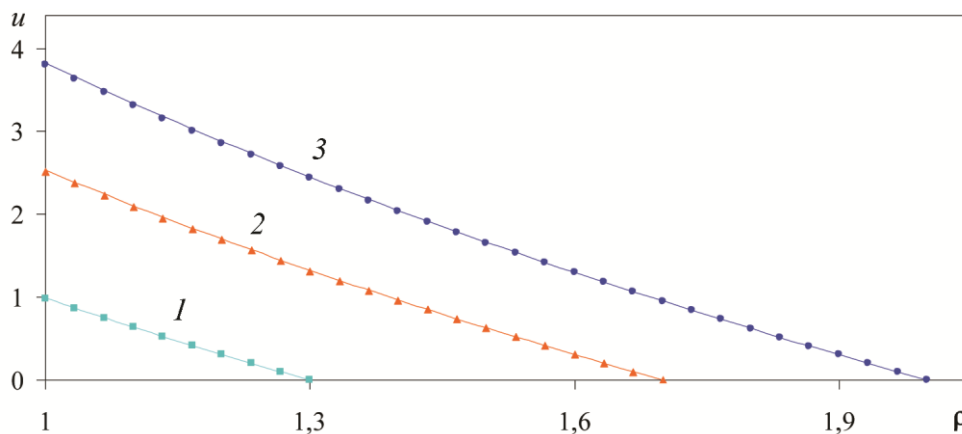


Рис. 2. Сравнение решения МГЭ и частично-автомодельного решения для линейного закона движения фронта тепловой волны: 1 – $t = 0,3$; 2 – $t = 0,7$; 3 – $t = 1$

Проведенные расчеты показали, что построение частично-автомодельных решений является эффективным средством верификации численных решений задач для нелинейного уравнения теплопроводности, а также еще раз дали возможность оценить точность решений на основе МГЭ.

8. Заключение

В статье приведен обзор методов и результатов, полученных авторами в ходе исследования решений нелинейного уравнения теплопроводности, имеющих тип тепловой волны, распространяющейся по холодному (нулевому) фону с конечной скоростью. Тепловые волны обладают особенностью на фронте, поскольку там обращается в нуль множитель перед старшей производной, вследствие чего обычные численные методы оказываются неприменимыми. Авторами для построения решений обычно используются метод степенных рядов, позволяющий раскрыть особенность и построить локальное решение (в малом по t), и метод граничных элементов, с использованием которого на заданном конечном промежутке времени строятся численно-аналитические решения. В работе проведен сравнительный анализ указанных подходов, который показал, что метод граничных элементов несколько сложнее в реализации и для него труднее доказать какие-либо строгие факты о сходимости (на данный момент этого сделать не удалось), однако он позволяет строить решения на более продолжительном временном интервале. Также рассмотрены частные случаи, когда решение задачи о движении тепловой волны сводится к задаче Коши для обыкновенного дифференциального

уравнения. Такие решения могут быть использованы для построения точных решений и для верификации численных расчетов. Дальнейшие исследования по тематике статьи могут быть связаны с разработкой методов исследования получаемых задач Коши, построением новых частично-автомодельных решений, а также с увеличением размерности задач, решаемых методом граничных элементов, с двух до трех.

Благодарность

Работа выполнена при частичной поддержке Комплексной программы УрО РАН, проект № 18-1-1-5, и РФФИ, проект № 16-01-00608.

Литература

1. Vazquez J. L. The Porous Medium Equation: Mathematical Theory. – Oxford : Clarendon Press, 2007. – 648 p. – ISBN-10: 0198569033, ISBN-13: 978-019856903.
2. Режимы с обострением в задачах для нелинейных параболических уравнений / А. А. Самарский, В. А. Галактионов, С. П. Курдюмов, А. П. Михайлов – М. : Наука, 1987. – 476 с.
3. Зельдович Я. Б., Компанеев А. С. К теории распространения тепла при теплопроводности, зависящей от температуры // В кн.: Сборник, посвященный 70-летию академика А. Ф. Иоффе. – М. : Изд-во АН СССР, 1950. – С. 61–71.
4. Баренблатт Г. И., Вишик И. М. О конечной скорости распространения в задачах нестационарной фильтрации жидкости и газа // Прикладная математика и механика. – 1956. – Т. 20, вып. 3. – С. 411–417.
5. Олейник О. А., Калашников А. С., Чжоу Юй-Линь. Задача Коши и краевые задачи для уравнений типа нестационарной фильтрации // Известия АН СССР. Серия математическая. – 1958. – Т. 22, вып. 5. – С. 667–704.
6. Сидоров А. Ф. Избранные труды: Математика. Механика. – М. : Физматлит, 2001. – 576 с. – ISBN 5-9221-0103-X.
7. Полянин А. Д., Зайцев В. Ф., Журов А. И. Нелинейные уравнения математической физики и механики. Методы решения. – М. : Изд-во Юрайт, 2017. – 256 с. – ISBN 978-5-534-02317-6.
8. Казаков А. Л., Лемперт А. А. Аналитическое и численное исследование одной краевой задачи нелинейной фильтрации с вырождением // Вычислительные технологии. – 2012. – Т. 17, № 1. – С. 57–68.
9. Kazakov A. L., Lempert A. A. Existence and Uniqueness of the Solution of the Boundary-Value Problem for a Parabolic Equation of Unsteady Filtration. Journal of Applied Mechanics and Technical Physics – 2013. – Vol. 54, iss. 2. – P. 251–258. – URL: <https://doi.org/10.1134/S0021894413020107>.
10. Казаков А. Л., Кузнецов П. А. Об аналитических решениях одной специальной краевой задачи для нелинейного уравнения теплопроводности в полярных координатах // Сибирский журнал промышленной математики. – 2018. – Т. 21, № 2(74). – С. 56–65. – DOI: [10.17377/SIBJIM.2018.21.205](https://doi.org/10.17377/SIBJIM.2018.21.205)
11. Казаков А. Л., Кузнецов П. А., Спёвак Л. Ф. Об одной краевой задаче с вырождением для нелинейного уравнения теплопроводности в сферических координатах // Труды Института математики и механики УрО РАН. – 2014. – Т. 20, № 1. – С. 119–129.
12. Казаков А. Л., Спёвак Л. Ф. Методы граничных элементов и степенных рядов в одномерных задачах нелинейной фильтрации // Известия ИГУ. Серия «Математика». – 2012. – Т. 5, № 2. – С. 2–17.
13. Kazakov A. L., Spevak L. F. Numerical and analytical studies of a nonlinear parabolic equation with boundary conditions of a special form // Applied Mathematical Modelling. – 2013. – Vol. 37, iss. 10–11. – P. 6918–6928. – DOI: [10.1016/j.apm.2013.02.026](https://doi.org/10.1016/j.apm.2013.02.026)

14. Kazakov A. L., Spevak L. F. An analytical and numerical study of a nonlinear parabolic equation with degeneration for the cases of circular and spherical symmetry // *Applied Mathematical Modelling*. – 2015. – Vol. 40, iss. 2. – P. 1333–1343. – DOI: 10.1016/j.apm.2015.06.038
15. Spevak L. F., Nefedova O. A. Solving a two-dimensional nonlinear heat conduction equation with degeneration by the boundary element method with the application of the dual reciprocity method // *AIP Conference Proceedings*. – 2016. – Vol. 1785, iss. 1. – P. 040077. – URL: <http://doi.org/10.1063/1.4967134>
16. Казаков А. Л., Спёвак Л. Ф., Нефедова О. А. Решение двумерной задачи о движении фронта тепловой волны с использованием степенных рядов и метода граничных элементов // *Известия ИГУ. Серия «Математика»*. – 2016. – Т. 18. – С. 21–37.
17. Banerjee P. K., Butterfield R. *Boundary element methods in engineering science*. – US : McGraw-Hill Inc., 1981. – 452 p. ISBN-10: 0070841209, ISBN-13: 978-0070841208.
18. Brebbia C. A., Telles J. F. C., Wrobel L. C. *Boundary Element Techniques*. – Berlin, Heidelberg, New-York, Tokyo: Springer-Verlag, 1984. – 466 p. – ISBN 978-3-642-48862-7. – DOI: 10.1007/978-3-642-48860-3
19. Nardini D., Brebbia C. A. A New Approach to Free Vibration Analysis using Boundary Elements // *Applied Mathematical Modelling*. – 1983. – Vol. 7, no. 3. – P. 157–162. – DOI: 10.1016/0307-904X(83)90003-3
20. Fedotov V. P., Spevak L. F. One approach to the derivation of exact integration formulae in the boundary element method // *Engineering Analysis with Boundary Elements*. – 2008. – Vol. 32, no. 10. – P. 883–888. – DOI: [10.1016/j.enganabound.2008.03.001](https://doi.org/10.1016/j.enganabound.2008.03.001)

Received: 05.11.2018

Revised: 19.11.2018

Accepted: 30.11.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.117-125

THIN FILM FeGa-FeCoGa/Metglas/LGT STRUCTURES FOR MAGNETOELECTRIC MAGNETIC FIELD SENSORS

A. P. Nosov^{1, 2, a)*}, I. V. Gribov^{1, b)}, N. A. Moskvina^{1, c)},
A. V. Druzhinin^{1, d)}, V. I. Osotov^{1, e)}

¹M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoi st., 620108, Ekaterinburg, Russian Federation,

²Ural Federal University 19 Mira st., 620002, Ekaterinburg, Russian Federation

a)  <https://orcid.org/0000-0003-1475-0059>  nossov@imp.uran.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0002-5067-2281>  gri@imp.uran.ru;

c)  <https://orcid.org/0000-0003-4285-0399>  nat@imp.uran.ru;

d)  <https://orcid.org/0000-0001-9944-096X>  druzhinin@imp.uran.ru;

e)  osotov@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: nossov@imp.uran.ru

Address for correspondence: S. Kovalevskoi str. 18, 620108, Ekaterinburg, Russian Federation

Tel.: +7 (343) 374 79 22; fax: +7 (343) 374 52 44

The paper studies the influence of the composition of a graded magnetostrictive layer on the magnetoelectric effect in three-layered laminated structures of the type *composite magnetostrictive ferromagnet / ferroelectric / composite magnetostrictive ferromagnet*. A single crystal of $\text{La}_3\text{Ga}_{5.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{14}$ (lanthanum gallium tantalite) is used as the ferroelectric. The graded magnetostrictive layer consists of a Metglas-type amorphous ribbon with magnetostrictive Galfenol thin films of either $\text{Fe}_{0.72}\text{Ga}_{0.28}$ or $\text{Fe}_{0.62}\text{Co}_{0.19}\text{Ga}_{0.19}$ compositions deposited on it by pulsed laser deposition. The *dc* and *ac* magnetic field dependences of the magnetoelectric effect are investigated in the frequency range from 20 Hz to 10 kHz. Magnetic noise is investigated at frequencies ranging between 0.5 and 14 Hz. It is shown experimentally that the deposition of the $\text{Fe}_{0.62}\text{Co}_{0.19}\text{Ga}_{0.19}$ films increases the value of the magnetoelectric voltage coefficient and decreases magnetic noise. The results can be useful in the development of magnetoelectric sensors of *dc* and *ac* magnetic fields for nondestructive testing at elevated temperatures.

Keywords: nondestructive testing, magnetic field sensor, magnetoelectric effect, amorphous alloy, thin films, Galfenol, lanthanum gallium tantalate.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment from the Ministry of Education of Russia (Spin, No. AAAA-A18-118020290104-2).

References

1. Lawes G., Srinivasan G. Introduction to magnetoelectric coupling and multiferroic films. *J. Phys. D: Appl. Phys.*, 2011, vol. 44, pp. 243001. DOI: 10.1088/0022-3727/44/24/243001.
2. Petrov V.M., Srinivasan G. Enhancement of magnetoelectric coupling in functionally graded ferroelectric and ferromagnetic bilayers. *Phys. Rev. B*, 2008, vol.78, pp. 84421. DOI: 10.1103/PhysRevB.78.184421.

3. Mandal S.K., Sreenivasulu G., Petrov V.M., Srinivasan G. Flexural deformation in a compositionally stepped ferrite and magnetoelectric effects in a composite with piezoelectrics. *Appl. Phys. Lett.*, 2010, vol. 96, pp. 192502. DOI: 10.1063/1.3428774.
4. Magnetic Alloy 2605SA1 (iron-based). *Tech. Bulletin*, ref: 2605SA106192009, Metglas Inc., Conway, SC, 2009.
5. Passamani E.C., Larica C., Moscon P.S., Zelis P.M., Sanchez F.H. Out-of-plane anisotropy and low field induced magnetic domain reorientation in Al/Metglas-2605S2/Al trilayer sensors. *J. Appl. Phys.*, 2011, vol. 110, pp. 043906. DOI: 10.1063/1.3622339.
6. Gribov I.V., Osotov V.I., Nosov A.P., Petrov V.M., Sreenivasulu G., Srinivasan G. Magneto-electric effects in functionally stepped magnetic nanobilayers on ferroelectric substrates: Observation and theory on the influence of interlayer exchange coupling. *Journal of Applied Physics*, 2014, vol. 115, pp. 193909–193908. DOI: 10.1063/1.4878458.
7. More-Chevalier J., L ders U., Cibert C., Nosov A., Domeng s B., Bouregba R., Poullain G. Magnetoelectric coupling in Pb(Zr,Ti)O₃–Galfenol thin film heterostructures. *Applied Physics Letters*, 2015, vol. 107, pp. 252903–252906. DOI: 10.1063/1.4938218.
8. Sreenivasulu G., Fetisov L.Y., Fetisov Y.K., Srinivasan G. Piezoelectric single crystal langatate and ferromagnetic composites: Studies on low-frequency and resonance magnetoelectric effects. *Applied Physics Letters*, 2012, vol. 100, pp. 052901. DOI: 10.1063/1.3679661.
9. Sreenivasulu G., Qu P., Piskulich E., Petrov V.M., Fetisov Y.K., Nosov A.P., Qu H., Srinivasan G. Shear strain mediated magneto-electric effects in composites of piezoelectric lanthanum gallium silicate or tantalate and ferromagnetic alloys. *Applied Physics Letters*, 2014, vol. 105, pp. 32409–32408. DOI: 10.1063/1.4891536.
10. Available at: <http://www.newpiezo.com/ru/langatate.html>
11. Available at: <http://www.gammamet.ru/ru/gm440a.htm>
12. Atulasimha J., Flatau A.B. A review of magnetostrictive iron-gallium alloys. *Smart Materials and Structures*, 2011, vol. 20, pp. 043001. DOI: 10.1088/0964-1726/20/4/043001.
13. Jen S.U., Tsai T.L., Kuo P.C., Chi W.L., Cheng W.C. Magnetostrictive and structural properties of FeCoGa films. *J. Appl. Phys.*, 2010, vol. 107, pp. 013914. DOI: 10.1063/1.3284962.
14. Available at: <http://www.optosystems.ru/eng/index.php>
15. Sreenivasulu G., Petrov V.M., Fetisov L.Y., Fetisov Y.K., Srinivasan G. Magnetoelectric interactions in layered composites of piezoelectric quartz and magnetostrictive alloys. *Physical Review B*, 2012, vol. 86, pp. 214405. DOI: 10.1103/PhysRevB.86.214405.

Подана в журнал: 05.11.2018

УДК 537.633.9

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.117-125

ТОНКОПЛЕНОЧНЫЕ СТРУКТУРЫ FeGa-FeCoGa/Metglas/LGT ДЛЯ МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ДАТЧИКОВ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ

А. П. Носов^{1, 2, а)*}, И. В. Грибов^{1, б)}, Н. А. Москвина^{1, в)},
А. В. Дружинин^{1, г)}, В. И. Осотов^{1, д)}

¹Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской 18, Екатеринбург, 620108, Российская Федерация

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский
федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», ул. Мира 19, Екатеринбург,
62002, Российская Федерация

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0003-1475-0059>  nossov@imp.uran.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-5067-2281>  gri@imp.uran.ru;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0003-4285-0399>  nat@imp.uran.ru;

^{г)}  <https://orcid.org/0000-0001-9944-096X>  druzhinin@imp.uran.ru;

^{д)}  osotov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: nossov@imp.uran.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской 18, Екатеринбург, 620108, Российская Федерация

Тел.: +7 (343) 374–79–22; факс: +7 (343) 374–52–44

Исследовано влияние состава композитного магнитострикционного слоя на магнито-электрический эффект в трехслойных ламинатных структурах типа композитный магнито-стрикционный ферромагнетик (сегнетоэлектрик) композитный магнитострикционный ферромагнетик. В качестве сегнетоэлектрика использован монокристалл лантангаллиевого танталата $\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{Ta}_{0,5}\text{O}_{14}$. Композитный магнитострикционный ферромагнетик состоял из аморфной ленты сплава типа «Метглас», на поверхность которой импульсным лазерным осаждением были нанесены тонкие магнитострикционные пленки типа «галфенол» составов $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ или $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$. Исследованы зависимости магнитоэлектрического эффекта от статических и переменных магнитных полей в диапазоне частот от 20 Гц до 10 кГц и магнитных шумов в области частот 0,5–14 Гц. Экспериментально показано, что нанесение магнитострикционных пленок состава $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ позволяет увеличить величину магнитоэлектрического коэффициента по напряжению и снизить уровень магнитных шумов. Результаты могут быть использованы для разработки магнитоэлектрических датчиков статических и переменных магнитных полей в системах магнитного неразрушающего контроля, эксплуатируемых при повышенных температурах.

Ключевые слова: неразрушающий контроль, датчик магнитного поля, магнитоэлектрический эффект, аморфный сплав, тонкие пленки, галфенол, лантангаллиевый танталат.

1. Введение

Разработка датчиков статических и переменных магнитных полей, работающих на новых принципах, является чрезвычайно важной для магнитного неразрушающего контроля. Такие датчики, особенно пригодные для работы в условиях повышенных температур, могут найти широкое применение для решения актуальных проблем неразрушающего контроля, прогнозирования ресурса и испытаний перспективных конструкционных и функциональных материалов. Достигнутые в последние годы успехи в исследованиях магнитоэлектрического эффекта (МЭ) в композитных планарных структурах с механически связанными слоями из

магнитострикционного ферромагнитного и сегнетоэлектрического материалов [1] позволяют говорить о перспективности разработки датчиков этого типа для нужд магнитного неразрушающего контроля и диагностики. Если такую структуру поместить в статическое магнитное поле H , то в присутствии переменного магнитного поля dH_{ac} будет наблюдаться прямой МЭ: при воздействии переменных магнитных полей за счет магнитострикции в ферромагнитном слое возникнет механическая деформация, которая приведет к генерации зарядов и возникновению электрического поля dE в сегнетоэлектрическом слое вследствие его пьезоэлектрических свойств. Величина МЭ характеризуется магнитоэлектрическим коэффициентом по напряжению (МЭКН), который определяют как $\alpha = dE/H_{ac} = dV/(tdH_{ac})$, где dV – величина возникающего электрического напряжения; t – толщина сегнетоэлектрического слоя. Значение α определяется физическими характеристиками как ферромагнитного слоя, в частности пьезомагнитным коэффициентом $q = d\lambda/dH$, где λ – коэффициент магнитострикции; H – статическое магнитное поле, так и сегнетоэлектрического слоя, в частности пьезомодулем d и относительной диэлектрической проницаемостью ε . Для нужд неразрушающего контроля необходимы МЭ структуры с большой величиной МЭКН. Это может быть достигнуто оптимизацией характеристик магнитострикционной подсистемы за счет величины q см. [2]. Повысить q можно использованием многослойных магнитострикционных структур со слоями из материалов, имеющих разные знаки коэффициента магнитострикции, т. е. слоев с большим градиентом коэффициента магнитострикции по толщине. Для композитных объемных структур с ферромагнитными слоями эти результаты получили экспериментальное подтверждение в работе [3].

В качестве магнитострикционных слоев композитных МЭ структур очень часто используются магнитострикционные ленты аморфных сплавов класса «Метглас» (Metglas) [4]. Этот класс аморфных магнитных материалов характеризуется большим значением q , малым коэрцитивным полем, большой начальной магнитной проницаемостью, положительным значением λ . Улучшить магнитострикционные свойства таких аморфных лент можно путем нанесения на них тонких пленок магнитострикционных материалов, имеющих другой знак коэффициента магнитострикции, т. е. созданием композитных структур с градиентом q по толщине. Ранее возможности изменения магнитных свойств аморфных лент сплавов типа «Метглас» были исследованы при нанесении на них тонких пленок немагнитных металлов [5].

В настоящее время в МЭ-структурах в качестве материалов сегнетоэлектрических слоев используются, как правило, различные типы пьезокерамик на основе свинца, такие как $PbMg_{1/3}Nb_{2/3}O_3-PbTiO_3$ (PMN-PT) [6] или $Pb(Zr, Ti)O_3$ (PZT) [7], основным достоинством которых является большая величина d . Однако для них характерны сравнительно узкий диапазон рабочих температур и низкая температура Кюри (не выше 350 °C). В последние годы все более ужесточаются требования к охране окружающей среды и, как следствие, становится актуальным переход к пьезокерамикам, не содержащим свинец. Недавно в [8, 9] были представлены экспериментальные результаты по МЭ-структурам с сегнетоэлектрическим материалом состава $La_3Ga_{5,5}Ta_{0,5}O_{14}$ (лантангаллиевый танталат, LGT), не содержащим свинец. Достоинством LGT является возможность работы при высоких температурах, поскольку его температура плавления составляет 1450 °C и вплоть до этой температуры отсутствуют фазовые переходы. В качестве материала магнитострикционных слоев в работах [8, 9] использовали объемный сплав Fe-Co-V (пермендюр).

В настоящей работе проведен сравнительный анализ использования тонких пленок сплавов системы галфенол составов $Fe_{0,72}Ga_{0,28}$ и $Fe_{0,62}Co_{0,19}Ga_{0,19}$ для создания композитных структур с градиентом коэффициента магнитострикции слоя по толщине и улучшения МЭКН в трехслойных ламинатных структурах типа композитный магнитострикционный ферромагнетик /сегнетоэлектрик/ композитный магнитострикционный ферромагнетик. В качестве сегнетоэлектрика использована монокристаллическая пластина лантангаллиевого танталата LGT.

2. Материал и методика

В качестве сегнетоэлектрических слоев использовали пластины монокристалла лантан-галлиевого танталата $\text{La}_3\text{Ga}_{5,5}\text{Ta}_{0,5}\text{O}_{14}$ (LGT, X-срез) с типичными размерами $5 \times 5 \times 0,3 \text{ мм}^3$ [10]. В качестве магнитострикционного сплава класса «Метглас» использовали аморфные ленты состава 440А [11] (компания «Гаммамет», Екатеринбург, Россия) толщиной 34 мкм без термообработок. Статические измерения магнитострикции были проведены с использованием тензодатчика. Значения коэффициента магнитострикции насыщения измеряли при двух ориентациях магнитного поля H : вдоль ($\lambda_{11} = 20 \times 10^{-6}/\text{Э}$) и поперек ($\lambda_{12} = -15 \times 10^{-6}/\text{Э}$) направления прокатки. Из этих данных была определена величина пьезомагнитного коэффициента $q = q_{11} + q_{12} = d\lambda_{11}/dH + d\lambda_{12}/dH$. Для лент состава 440А было получено значение $q = 0,46 \times 10^{-6}/\text{Э}$.

Магнитострикционные слои с композитной структурой получали нанесением на поверхность аморфной ленты состава 440А тонких пленок $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ или $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ методом импульсного лазерного осаждения. Выбор этих составов обусловлен тем, что для объемных материалов системы $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ (галфенол) сплавы с $x = 0,19$ или $0,28$ имеют максимальную величину коэффициента магнитострикции [12]. При этом магнитострикция в сплавах $\text{Fe}_{1-x}\text{Ga}_x$ отрицательна. Легирование галфенола кобальтом позволяет увеличить значение λ . По данным работы [13], для тонких пленок сплавов Fe-Co-Ga состав $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ имеет максимальное значение λ . Пленки толщиной 25 нм наносили с использованием эксимерного лазера CL 7050 (компания «Оптисистемы», г. Троицк, Московская область, Россия [14]).

Были исследованы трехслойные ламинатные структуры, в которых средним сегнетоэлектрическим слоем являлась пластина LGT. В качестве верхнего и нижнего слоев использовали либо аморфные магнитострикционные ленты 440А (далее – образцы 440А), либо аморфные магнитострикционные ленты 440А с пленкой $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ (далее – образцы 440А/FeGa), либо аморфные магнитострикционные ленты 440А с нанесенной пленкой $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ (далее – образцы 440А/FeCoGa). Ламинатную структуру формировали склеиванием слоев клеем на основе цианокрилата. Ранее в [15] было показано, что при переходе от двухслойных структур к трехслойным величина МЭКН увеличивается.

МЭКН исследовали при приложении к ламинатной структуре статического H и переменного H_{ac} магнитных полей. Напряжение dV , возникающее в сегнетоэлектрическом слое, измеряли синхронным детектором на частоте H_{ac} . Величину МЭКН вычисляли по формуле $\alpha = dE/H_{ac} = dV/(tdH_{ac})$, где t – толщина сегнетоэлектрического слоя. Исследовали изменения α в зависимости от величины статического магнитного поля H и частоты f переменного магнитного поля.

Измерения магнитных шумов проводили в камере с трехслойным магнитным экраном при приложении к образцу переменного магнитного поля напряженностью 100–900 микроэрстед и усиления напряжения с образца предусилителем с большим импедансом и низким уровнем собственных шумов (типа SRS SR560). Затем сигнал подавали на анализатор спектра модели SRS SR780.

Все измерения были выполнены при комнатной температуре.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены результаты, полученные для структуры с аморфной лентой 440А на частотах 20, 110, 1000 Гц и 10 кГц. На всех частотах зависимости $\alpha(H)$ имеют схожую форму с максимумом при $H \approx 65 \text{ Э}$, соответствующим максимуму полевой зависимости коэффициента q . Положение максимума практически не зависит от частоты. Максимальная величина α_{max} при $H \approx 65 \text{ Э}$ сильно изменяется с частотой. Для фиксированной частоты с ростом H значения α постепенно уменьшаются и становятся очень малыми при $H > 200 \text{ Э}$. Ход зависимости $\alpha(H)$ качественно соответствует виду зависимости $q(H)$. Для структур с плен-

ками $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ или $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ были получены аналогичные по форме зависимости $\alpha(H)$. Нанесение пленок не изменяло положение максимумов зависимостей $\alpha_{\max}(f)$ при $H \approx 65$ Э, однако влияло на величину максимального значения b во всем исследованном частотном диапазоне. Для решения задач магнитного неразрушающего контроля существенно, что величина МЭКН линейно зависит от H в области полей 20–50 Э. Кроме того, зависимости $\alpha(H)$ нечетны по полю, что позволяет по знаку МКЭН судить о взаимной ориентации датчика и H .

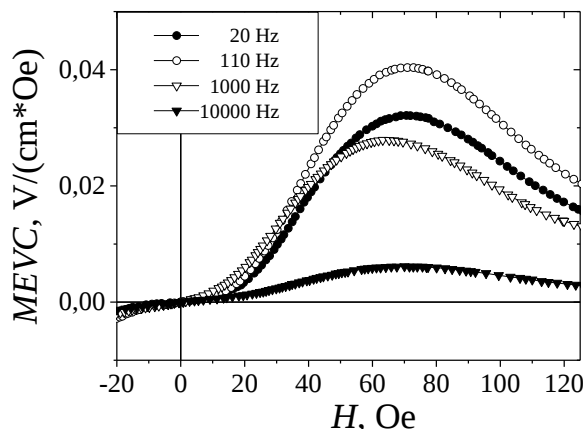


Рис. 1. Зависимости МЭКН от статического магнитного поля для значений частот переменного магнитного поля 20; 110; 1000 Гц и 10 кГц. Данные для структуры с аморфной лентой 440А

Частотные зависимости МЭКН в поле $H \approx 65$ Э для исследованных образцов представлены на рис. 2. Нанесение пленок по-разному влияет на величину $\alpha_{\max}(f)$: для композитных структур с пленками состава $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ наблюдается уменьшение, а для структур с пленками состава $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ – увеличение значений $\alpha_{\max}(f)$ во всем исследованном интервале частот.

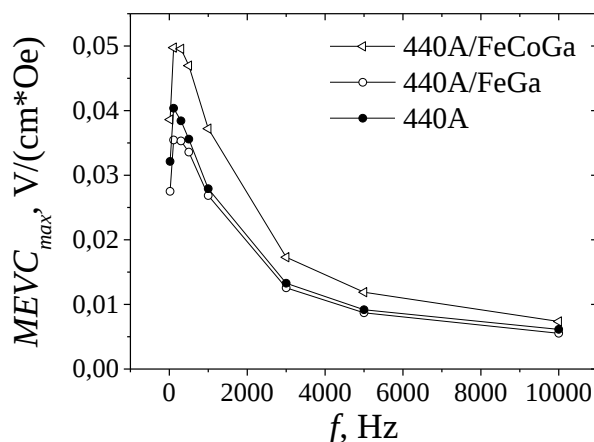


Рис. 2. Сравнение частотных зависимостей максимальной величины МЭКН для структур с магнестрикционными слоями только с аморфной лентой (440А), аморфными лентами с пленками $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ (440А/FeGa) и $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ (440А/FeCoGa)

Для возможных применений МЭ-ламинатных структур в качестве датчиков статических и переменных магнитных полей большое значение имеет линейность зависимостей $\alpha(H_{dc})$ [13]. В общем случае на зависимостях $\alpha(H_{dc})$ можно выделить две области линейности с соответствующими коэффициентами: вблизи нулевого поля, которую можно характеризо-

вать коэффициентом линейности $dMEVC/dH_{lowH}$, и для больших (20–50 Э) полей – с коэффициентом линейности $dMEVC/dH_{highH}$ (рис. 3). Коэффициент линейности вблизи нулевого поля представляет интерес для разработки МЭ датчиков неразрушающего контроля, предназначенных для регистрации предельно слабых статических и переменных полей. Коэффициент линейности в области больших (20–50 Э) полей может быть использован при разработке датчиков полей, работающих в условиях создания стационарного поля смещения, например за счет магнитной системы, обеспечивающей проведения измерений в постоянном по времени поле смещения в зоне контроля.

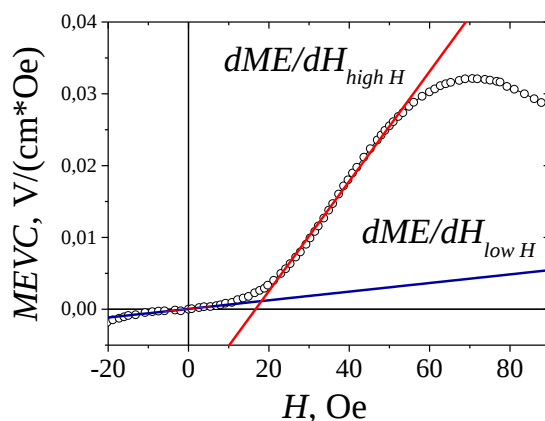


Рис. 3. Определения коэффициентов линейности МЭКН в области малых ($dMEVC/dH_{lowH}$) и больших ($dMEVC/dH_{highH}$) полей

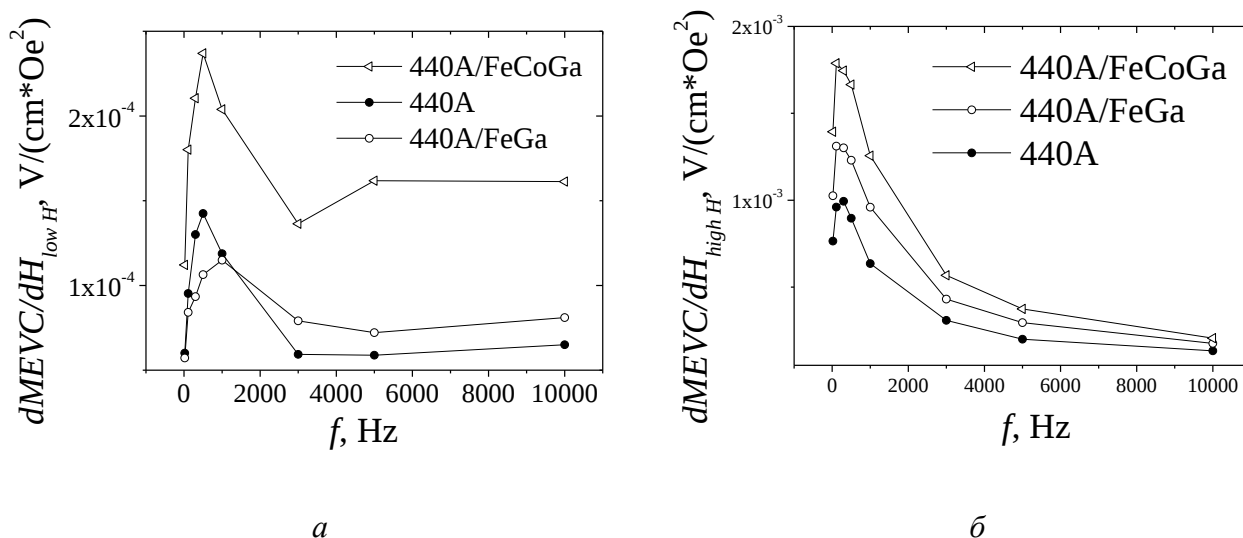


Рис. 4. Частотные зависимости коэффициентов линейности в области полей (а) и больших (20–50 Э) полей (б) для структур с магнестрикционными слоями только с аморфной лентой (440А), аморфными лентами с пленками $Fe_{0,72}Ga_{0,28}$ (440А/FeGa) и $Fe_{0,62}Co_{0,19}Ga_{0,19}$ (440А/FeCoGa)

На рис. 4 представлены частотные зависимости коэффициентов линейности МЭ-ламинатных структур. Оба коэффициента максимальны в случае нанесения тонких пленок $Fe_{0,62}Co_{0,19}Ga_{0,19}$ во всем исследованном интервале частот. Нанесение пленок $Fe_{0,72}Ga_{0,28}$ приводит к росту коэффициента линейности в области больших полей, по сравнению с образцом только с аморфной лентой, однако для области вблизи нулевых полей наблюдается обратная зависимость.

Качественно наблюдаемые закономерности можно интерпретировать с учетом того, что для ламинатных структур величина МЭКН пропорциональна отношению d_{11}/ε_{11} . В случае LGT относительная диэлектрическая проницаемость ε_{11} слабо зависит от частоты в диапазоне до 10 кГц. Поэтому изменения МЭКН с частотой качественно могут быть объяснены частотными изменениями характеристик ферромагнитных слоев. Коэффициент магнитомеханической связи определяется как $k_m = (4\pi\lambda'\mu_r'/E)^{1/2}$, где λ' – коэффициент магнитострикции в переменном магнитном поле, который в свою очередь пропорционален q ; μ_r' – действительная часть относительной магнитной проницаемости; E – модуль Юнга. Наблюдаемое увеличение максимального значения α во всем исследованном диапазоне частот для структур с пленкой $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$, по-видимому, связано с увеличением k_m за счет q из-за разных знаков λ в аморфном сплаве и пленке. Уменьшение максимального значения α для структур с пленкой $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ может быть связано с влиянием текстуры.

На рис. 5 приведены результаты измерений магнитных шумов в области частот 0,5–14 Гц. Видно, что градиент магнитострикции в магнитострикционных слоях существенно снижает уровень шумов структуры. При этом для частоты 1 Гц уровень шумов в структуре с магнитострикционными слоями аморфная лента/пленка $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ почти в три раза ниже, а в структуре аморфная лента/пленка $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ почти в два раза ниже, чем в структуре только с аморфной лентой.

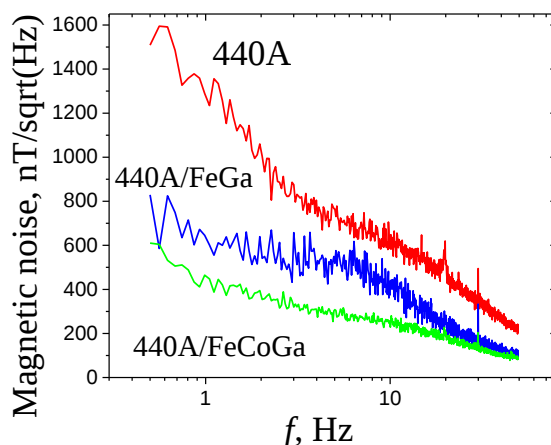


Рис. 5. Сравнение частотных зависимостей максимальной величины МЭКН для структур с магнитострикционными слоями только с аморфной лентой (440A), аморфными лентами с пленками $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ (440A/FeGa) и $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ (440A/FeCoGa)

Из совокупности полученных данных можно сделать вывод о том, что для решения задач неразрушающего контроля предпочтительно использование ламинатных МЭ-структур на основе композитных ферромагнитных магнитострикционных слоев типа аморфная лента сплава 440A/тонкая пленка $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$.

4. Заключение

Исследован магнитоэлектрический эффект (МЭ) в ламинатных структурах типа композитный магнитострикционный ферромагнетик /сегнетоэлектрик/ композитный магнитострикционный ферромагнетик с монокристаллическими пластинами лантангаллиевого танталата LGT в качестве сегнетоэлектрика. Композитные ферромагнитные магнитострикционные слои с градиентом коэффициента магнитострикции по толщине были получены импульсным лазерным осаждением тонких пленок $\text{Fe}_{0,72}\text{Ga}_{0,28}$ и $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ с отрицательным коэффициентом магнитострикции на аморфные ленты типа «Метглас» с положительным ко-

эффицентом магнитострикции. Нанесение тонких пленок $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ приводит к увеличению максимальной величины магнитоэлектрического коэффициента по напряжению и коэффициентов линейности во всем исследованном диапазоне частот, а также снижению уровня магнитных шумов. Ламинатные структуры на основе LGT с композитными магнитострикционными слоями из $\text{Fe}_{0,62}\text{Co}_{0,19}\text{Ga}_{0,19}$ могут представлять интерес для решения задач магнитного неразрушающего контроля при повышенных температурах.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Спин», № АААА-А18-118020290104-2).

Литература

1. Lawes G., Srinivasan G. Introduction to magnetoelectric coupling and multiferroic films // J. Phys. D: Appl. Phys. – 2011. – Vol. 44. – P. 243001. – DOI: 10.1088/0022-3727/44/24/243001.
2. Petrov V. M., Srinivasan G. Enhancement of magnetoelectric coupling in functionally graded ferroelectric and ferromagnetic bilayers // Phys. Rev. B. – 2008. – Vol. 78. – P. 184421. – DOI: 10.1103/PhysRevB.78.184421.
3. Flexural deformation in a compositionally stepped ferrite and magnetoelectric effects in a composite with piezoelectrics / S. K. Mandal, G. Sreenivasulu, V. M. Petrov, G. Srinivasan // Appl. Phys. Lett. – 2010. – Vol. 96. – P. 192502. – DOI: 10.1063/1.3428774.
4. Magnetic Alloy 2605SA1 (iron-based) // Tech. Bulletin. ref: 2605SA106192009. – Metglas Inc., Conway, SC, 2009.
5. Out-of-plane anisotropy and low field induced magnetic domain reorientation in Al/Metglas-2605S2/Al trilayer sensors / E. C. Passamani, C. Larica, P. S. Moscon, P. M. Zelis, F. H. Sanchez // J. Appl. Phys. – 2011. – Vol. 110. – P. 043906. – DOI: 10.1063/1.3622339.
6. Magneto-electric effects in functionally stepped magnetic nanobilayers on ferroelectric substrates: Observation and theory on the influence of interlayer exchange coupling / I. V. Gribov, V. I. Osotov, A. P. Nosov, V. M. Petrov, G. Sreenivasulu, G. Srinivasan // Journal of Applied Physics. – 2014. – Vol. 115. – P. 193909–193908. – DOI: 10.1063/1.4878458.
7. Magnetoelectric coupling in $\text{Pb}(\text{Zr,Ti})\text{O}_3$ –Galfenol thin film heterostructures / J. More-Chevalier, U. Lüders, C. Cibert, A. Nosov, B. Domengus, R. Bouregba, G. Poullain // Applied Physics Letters. – 2015. – Vol. 107. – P. 252903–252906. – DOI: 10.1063/1.4938218.
8. Piezoelectric single crystal langatate and ferromagnetic composites: Studies on low-frequency and resonance magnetoelectric effects / G. Sreenivasulu, L. Y. Fetisov, Y. K. Fetisov, G. Srinivasan // Applied Physics Letters. – 2012. – Vol. 100. – P. 052901. – DOI: 10.1063/1.3679661.
9. Shear strain mediated magneto-electric effects in composites of piezoelectric lanthanum gallium silicate or tantalate and ferromagnetic alloys / G. Sreenivasulu, P. Qu, E. Piskulich., V. M. Petrov, Y. K. Fetisov, A. P. Nosov, H. Qu, G. Srinivasan // Applied Physics Letters. – 2014. – Vol. 105. – P. 32409–32408. – DOI: 10.1063/1.4891536.
10. URL: <http://www.newpiezo.com/ru/langatate.html>
11. URL: <http://www.gammamet.ru/ru/gm440a.htm>
12. Atulasimha J., Flatau A. B. A review of magnetostrictive iron–gallium alloys // Smart Mater. Struct. – 2011. – Vol. 20. – P. 043001. – DOI: 10.1088/0964-1726/20/4/043001.
13. Magnetostrictive and structural properties of FeCoGa films / S. U. Jen, T. L. Tsai, P. C. Kuo, W. L. Chi, W. C. Cheng // J. Appl. Phys. – 2010. – Vol. 107. – P. 013914. – DOI: 10.1063/1.3284962.
14. URL: <http://www.optosystems.ru/eng/index.php>
15. Magnetoelectric interactions in layered composites of piezoelectric quartz and magnetostrictive alloys / G. Sreenivasulu, V. M. Petrov, L. Y. Fetisov, Y. K. Fetisov, G. Srinivasan // Physical Review B. – 2012. – Vol. 86. – P. 214405. – DOI: 10.1103/PhysRevB.86.214405.

Received: 11.10.2018

Revised: 30.10.2018

Accepted: 09.11.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.126-135

POSITRON ANNIHILATION STUDY OF THE MICROSTRUCTURAL EVOLUTION OF DEFORMED AUSTENITIC IRON-NICKEL ALLOYS

D. A. Perminov^{a)*}, A. P. Druzhkov^{b)}, and V. L. Arbuzov^{c)}

*M. N. Miheev Institute of Metal Physics, UB RAS,
18 S. Kovalevskoy St., 620108, Ekaterinburg, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0003-1384-6446>  perminov@imp.uran.ru;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-9586-9072>  druzhkov@imp.uran.ru;

^{c)}  <https://orcid.org/0000-0003-0334-7459>  arbuzov@inm.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: d_perm@ramble.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy 18, 620108, Ekaterinburg, Russian Federation

Tel.: +7 (343) 378 38 62; fax: (343) 374 52 44

The paper studies the evolution of the imperfect structure of Fe-Ni alloys under plastic deformation and subsequent isochronal annealing by positron annihilation spectroscopy. The stages corresponding to the annealing of vacancy-type defects, the heterogeneous nucleation of Ni₃Ti precipitate particles and recrystallization are determined. It is demonstrated that titanium atoms interact with vacancy defect, thus enhancing the accumulation of vacancy-type defects formed during deformation and their thermal stability. The formation of vacancy–titanium-atom mobile complexes in the process of annealing leads to the segregation of titanium at dislocations and the heterogeneous nucleation of Ni₃Ti precipitate particles. These particles suppress the capture of positrons by dislocations. At the same time, this effect essentially depends on the dislocation structure present in the alloys. At temperatures exceeding 850 K, the precipitation particles coarsen due to thermally induced aging. As a result, the sensitivity of positrons to dislocations is partially restored.

Keywords: iron-nickel alloys, plastic deformation, dislocations, segregation, positron annihilation.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment from FASO Russia (Spin, No. 01201463330) and partially supported by the RFBR (project No. 18-02-00270).

References

1. Dlubek G., Brummer O., Hensel E. Positron-annihilation investigation for an estimation of dislocation density and vacancy concentration of plastically deformed polycrystalline Ni of different purity. *Physica Status Solidi A-Applied Research*, 1976, vol. 34, no. 2, pp. 737–746. DOI: 10.1002/pssa.2210340239.
2. Dlubek G., Krauser R., Brummer O., Michno Z., Gorecki T. Impurity-induced vacancy clustering in cold-rolled nickel alloys as studied by positron annihilation techniques. *Journal of Physics F: Metal Physics*, 1987, vol. 17, pp. 1333–1347. DOI: 10.1088/0305-4608/17/6/008.
3. Grafutin V.I., Prokop'ev E.P. Positron annihilation spectroscopy in materials structure studies. *Phys. Usp.*, 2002, vol. 45, no. 1, pp. 59–74. DOI: 10.1070/PU2002v045n01ABEH000971.
4. Seeger A., Banhard F. Defect studies by positron annihilation – technique, achievement, problems, perspectives. *Helvetica Physica Acta*, 1990, vol. 63, pp. 403–428.
5. Wider T., Hansen S., Holzwarth U., Maier K. Sensitivity of positron annihilation to plastic deformation. *Physical Review B*, 1998, vol. 57, no. 9, pp. 5126–5139. DOI: 10.1103/PhysRevB.57.5126.

6. Arbuzov V.L., Druzhkov A.P., Pecherkina N.L., Danilov S.E., Perminov D.A., Sagaadze V.V. Positron annihilation study of the microstructure evolution in deformed Fe-Ni austenitic alloys containing titanium. *The Physics of Metals and Metallography*, 2001, vol. 92, no. 1, pp. 70–76.
7. Druzhkov A.P., Perminov D.A. Positron annihilation studies of microstructural changes in cold-worked Fe–Ni-base aging alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, vol. 527, pp. 3877–3885. DOI: 10.1016/j.msea.2010.03.083.
8. Eldrup M., Singh B.N. Studies of defects and defect agglomerates by positron annihilation spectroscopy. *Journal of Nuclear Materials*, 1997, vol. 251, pp. 132–138. DOI: 10.1016/S0022-3115(97)00221-3.
9. Druzhkov A.P., Perminov D.A., Pecherkina N.L. Positron annihilation spectroscopy characterization of effect of intermetallic nanoparticles on accumulation and annealing of vacancy defects in electron-irradiated Fe-Ni-Al alloy. *Philosophical Magazine*, 2008, vol. 88, pp. 959–976. DOI: 10.1080/14786430802014670.
10. Druzhkov A.P., Klotsman S.M., Pushin V.G., Likhodeevskaya E.I. Study of defect annealing in plastically deformed nickel by positron annihilation method. *Fizika Metallov i Metallovedenie*, 1987, vol. 64, no. 3, pp. 525–532. (In Russian).
11. Druzhkov A.P., Arbuzov V.L., Perminov D.A. Positron annihilation study of effects of Ti and plastic deformation on defect accumulation and annealing in electron-irradiated austenitic steels and alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 2005, vol. 341, pp. 153–163. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2005.01.021.
12. Van Bueren H.G. Imperfections in crystals, Amsterdam, North-Holland Publishing Company, 1960.
13. Gorelik S.S., Dobatkin S.V., Kaputkina L.M. *Recrystallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of Metals and Alloys]. Moscow, MISiS Publ., 2005, 432 p. (In Russian).

Подана в журнал: 11.10.2018
УДК 669.1'24'295:620.179.15
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.126-135

ПОЗИТРОННЫЕ АННИГИЛЯЦИОННЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭВОЛЮЦИИ МИКРОСТРУКТУРЫ ДЕФОРМИРОВАННЫХ АУСТЕНИТНЫХ ЖЕЛЕЗО-НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ

Д. А. Перминов^{а)*}, А. П. Дружков^{б)}, В. Л. Арбузов^{в)}

*ФГБУН Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0003-1384-6446>  perminov@imp.uran.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-9586-9072>  druzhkov@imp.uran.ru;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0003-0334-7459>  arbuzov@inm.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: d_perm@ramble.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620108, Екатеринбург, Российская Федерация

Тел.: +7 (343) 378–38–62; факс: +7 (343) 374–52–44

Работа посвящена исследованию эволюции дефектной структуры Fe-Ni сплавов при пластической деформации и последующем изохронном отжиге методом позитронной аннигиляционной спектроскопии. Были определены стадии, соответствующие отжигу дефектов вакансионного типа, гетерогенному зарождению частиц выделений Ni_3Ti и рекристаллизации. Было показано, что атомы титана взаимодействуют с вакансионными дефектами, усиливая накопление дефектов вакансионного типа, образующихся при деформации, и их термическую стабильность. Образование подвижных комплексов вакансии – атом титана в процессе отжига приводит к сегрегации титана на стоках и гетерогенному зарождению частиц интерметаллидных выделений Ni_3Ti . Эти частицы подавляют захват позитронов дислокациями. При этом, данный эффект существенно зависит от дислокационной структуры, присутствующей в сплавах. При температурах выше 850 К происходит укрупнение частиц выделений благодаря термически-индуцированному старению. В результате этого чувствительность позитронов к дислокациям частично восстанавливается.

Ключевые слова: железо-никелевые сплавы, пластическая деформация, дислокации, сегрегация, аннигиляция позитронов.

1. Введение

Пластическая деформация является одним из способов предварительной обработки конструкционных сталей. При этом в процессе деформации формируется сложный спектр дефектов, в частности высокая плотность неоднородно распределенных дислокаций. Кроме того, при деформации образуется большое количество вакансий, которые также не всегда гомогенно распределены [1, 2]. При этом наличие дефектов решетки, прежде всего дислокаций, может в определенных обстоятельствах привести к гетерогенному зарождению γ' -фазы.

Основным методом исследования дефектной структуры, созданной пластической деформацией, является просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). С помощью ПЭМ надежно идентифицируется дислокационная структура, но мелкие вакансионные дефекты, а также выделения вторых фаз размерами меньше 1 нм не обнаруживаются. Поэтому интерес представляют исследования деформированных сплавов методами, обладающими высокой чувствительностью как к видимым, так и не видимым ПЭМ дефектам, обладающими при этом высокой избирательностью. Одним из таких методов является позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС). Позитроны – хорошо известный зонд для дефектов ваканси-

онного типа и дислокаций [3–5]. При этом ПАС обладает высокой чувствительностью к дефектам как по их размерам (от 0,1 до 3 нм для вакансионных кластеров), так и по концентрации (10^{-3} – 10^{-6} на атом для вакансий, 10^{12} – 10^{15} м⁻² для дислокаций).

Цель работы – получение информации об эволюции микроструктуры деформированных аустенитных Fe-Ni сплавов на атомном уровне, а также влияние легирования титана на эволюцию микроструктуры с помощью позитронной аннигиляционной спектроскопии. Сплавы, использованные в работе, являются модельными по отношению к аустенитным нержавеющим сталям. В работе также изучены возможности ПАС по детальному исследованию эволюции структурных особенностей сплавов при термическом отжиге деформированных сплавов. Часть результатов, представленных в статье, была опубликована ранее в [6, 7].

2. Материалы и методика

В работе исследовались ГЦК сплавы Fe-35,3 ат. % Ni (Fe-Ni) и Fe-35,2 ат. % Ni-2,9 ат. % Ti (Fe-Ni-Ti). Эти сплавы являются модельными по отношению к аустенитным нержавеющим сталям, широко используемым в реакторах на быстрых нейтронах. Кроме того, сплав Fe-Ni-Ti является стареющим сплавом. В процессе отжига при температурах выше 700 К в этом сплаве происходит выделение когерентных частиц γ' -фазы типа Ni₃Ti.

Образцы были приготовлены в форме пластин размером 10×10×0,2 мм³. После прокатки, резки и электрополировки образцы отжигались при температуре 1373 К в гелиевой атмосфере в течение 1 ч, а затем быстро охлаждались со скоростью ≈ 500 К/сек. Режимы отжига и закалки выбирали с тем расчетом, чтобы исключить образование в сплаве Fe-Ni-Ti интерметаллидных выделений при охлаждении. Микроструктуру закаленных образцов исследовали просвечивающим электронным микроскопом марки JEM-200 CX при ускоряющем напряжении 160 кВ. Рентгеноструктурный анализ, проведенный с помощью рентгеновского дифрактометра ДРОН-2, показал наличие в образцах одной аустенитной фазы. Средний размер зерна в образцах составлял ≈ 50 мкм, плотность дислокаций $\approx 10^{11}$ м⁻².

Пластическая деформация исследуемых образцов осуществлялась посредством прокатки в валках при комнатной температуре. Уменьшение толщины образца при прокатке достигалось несколькими проходами с примерно равным значением снижения толщины при каждом шаге.

Изохронные отжики деформированных образцов проводили в интервале температур 300–1200 К в вакууме не хуже 10^{-5} Па. Интервалы между соседними значениями температуры составляли величину 25–50 К. Точность поддержания температуры в процессе выдержки составляла ≈ 2 К. Время выдержки на каждой ступени подбиралось в промежутке 25–50 мин с таким расчетом, чтобы средняя скорость нагрева была ≈ 1 К/мин. После каждой выдержки образцы охлаждались до комнатной температуры со скоростью ≈ 100 К/мин.

Образовавшиеся при деформации дефекты диагностировали методом угловой корреляции аннигиляционного излучения (УКАИ), который является одной из методик ПАС [3, 4, 8]. УКАИ метод был реализован на спектрометре с разрешением 1 мрад × 160 мрад. В качестве источника позитронов использовался радионуклид ⁶⁸Ge активностью ~ 400 МБк. В каждый спектр УКАИ набиралось около $5 \cdot 10^5$ отсчетов совпадений. Все измерения проводились при комнатной температуре. Спектры УКАИ представляют собой зависимость скорости счета совпадений от угла θ (θ – отклонение угла разлета аннигиляционных γ -квантов от 180°). Угол $\theta = p_z/m_0c$, где p_z – поперечная компонента импульса электронно-позитронной пары; m_0 – масса покоя электрона; c – скорость света в вакууме. Поскольку позитрон в образце термализован, то величина θ определяется импульсом аннигилирующего электрона. Таким образом, спектр УКАИ описывает распределение аннигилирующих электронов по импульсам. Подробно процедура обработки спектров УКАИ изложена в [9].

При захвате позитронов вакансионными дефектами или дислокациями происходят изменения в форме спектров УКАИ, поскольку электронная структура дефектов отличается от электронной структуры сплава. Эти изменения характеризуются стандартным S -параметром, величина которого определяется как отношение площади под низкоимпульсной ($p_z \leq 3 \cdot 10^{-3} m_0 c$) частью спектра к полной площади под спектром. Низкоимпульсная область спектра соответствует аннигиляции позитронов с валентными электронами. Изменения спектра УКАИ в этой области и, соответственно, S -параметра определяются концентрацией центров захвата позитронов следующим образом:

$$S = \frac{\lambda_f S_f + \mu_j C_0 S_j}{\lambda_f + \mu_j S_j}$$

где λ_f – скорость аннигиляции позитронов в свободном (блоховском) состоянии; μ_j – скорость захвата позитронов дефектами j -типа (вакансионного типа или дислокациями); C_0 – концентрация вакансионных дефектов либо плотность дислокаций; S_f и S_j – значения S -параметра, характеризующие аннигиляцию позитронов из свободного и захваченного дефектами j -типа состояния соответственно.

3. Результаты и обсуждение

3.1. Холодная пластическая деформация

На рис. 1 представлены зависимости S -параметра от степени пластической деформации $\Delta d/d$ для чистого никеля и сплавов Fe-Ni и Fe-Ni-Ti (d – толщина образца до прокатки). Никель использовался в качестве модельного материала, поскольку поведение структурных дефектов после деформации в нем хорошо изучено [1, 2, 10]. Данные для никеля были взяты из [10].

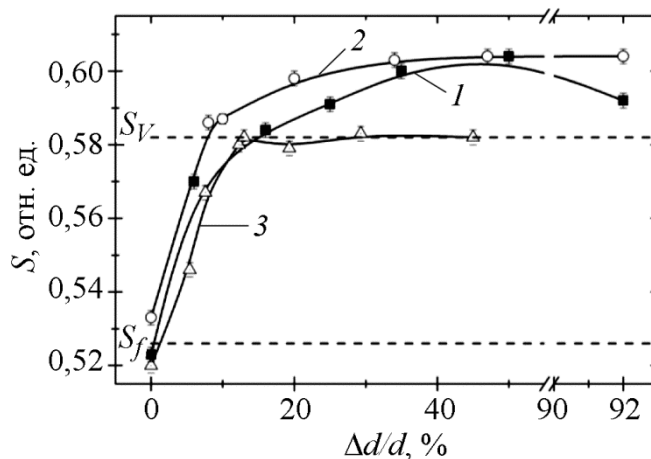


Рис. 1. Зависимость S -параметра от степени деформации $\Delta d/d$ для никеля и сплавов:
1 – сплав Fe-Ni; 2 – сплав Fe-Ni-Ti; 3 – никель

В исходном состоянии (до деформации) значения S -параметра для никеля и сплавов практически совпадают, что указывает на близость их электронной структуры. Следует отметить, что концентрация закаленных вакансий в аустенитных сплавах вследствие низкой их теплопроводности после термообработки обычно находится ниже предела чувствительности ПАС. Поэтому величины S -параметра до деформации соответствуют значению параметра аннигиляции позитронов из свободного состояния S_f .

С ростом степени деформации наблюдается рост S -параметра для всех образцов, что связано с захватом позитронов образующимися при деформации дефектами. При $\Delta d/d \approx 15\%$ рост S -параметра для Ni прекращается и его значение выходит на плато. Такое плато связано с эффектом насыщения по концентрации дефектов. При деформации, как известно, происходит интенсивное образование, как дислокаций, так и вакансий. В [1, 2] было показано, что при комнатной температуре в никеле вакансии неподвижны и не образуют комплексов. Таким образом, в никеле после деформации присутствуют два типа центров захвата позитронов – дислокации и моновакансии. Как показали исследования [2, 10], в никеле после деформации до степеней выше 10 % позитроны захватываются преимущественно моновакансиями, поскольку энергия связи позитронов с вакансиями ($\approx 2,6$ эВ) на порядок выше, чем энергия связи с дислокациями ($\approx 0,1\text{--}0,3$ эВ). Таким образом, величина S -параметра на плато, обозначенная как S_V , соответствует значению S -параметра (S_j , выражение) для моновакансий.

Для сплавов, в отличие от никеля, значение S -параметр продолжает расти выше S_V . Как показал анализ данных для сплавов, деформированных на 92 % [6], более высокое значение S -параметра для сплавов по сравнению с S_V связано с тем, что в них при деформации образуются вакансионные дефекты иного типа, чем моновакансии, а именно вакансионные кластеры трехмерной конфигурации (ВК). С увеличением расстояния от центра локализации позитронов до электронов ионных остовов уменьшается вероятность их взаимной аннигиляции и увеличивается вероятность аннигиляции позитронов с валентными электронами. В результате этого скорость счета в области малых значений импульса p_z и, соответственно, величина S -параметра, возрастают. Поэтому для ВК величина S_j будет выше, чем для моновакансий. При этом S_j увеличивается при увеличении среднего размера кластеров, захватывающих позитроны. Образование ВК в процессе деформации свидетельствует о том, что уже при комнатной температуре вакансии в сплавах подвижны.

Следует отметить, что в сплаве с титаном с ростом степени деформации S -параметр увеличивается интенсивнее, чем в сплаве без титана. Из этого следует, что концентрация образовавшихся ВК в сплаве с титаном превышает концентрацию ВК в сплаве без титана, т. е. титан усиливает накопление вакансионных дефектов. При этом при $\Delta d/d = 50\%$ S -параметр в обоих сплавах выходит на один уровень. Поскольку накопление ВК с ростом степени деформации в сплаве Fe-Ni-Ti происходит более интенсивно, чем в сплаве Fe-Ni, следует предположить, что концентрация ВК, образовавшихся после деформации на 50 % и, соответственно, величина S -параметра в сплаве с титаном должны быть выше, чем в сплаве без титана. Равенство значений S -параметра для сплавов свидетельствует о том, что при данной степени деформации величина S -параметра достигла наибольшего значения для данного типа дефектов, т.е. наступило насыщение по концентрации ВК. Из этого равенства следует, также, что средний размер образовавшихся вакансионных кластеров в обоих сплавах совпадает.

С увеличением степени деформации до 92 % величина S -параметра для сплава Fe-Ni снижается. Следует отметить, что образцы сплавов после деформации на 92 % выдерживались при комнатной температуре в течение 2200 ч. Спад S -параметра связан с тем, что здесь в процессе выдержки снизилась концентрация ВК. В то же время для сплава Fe-Ni-Ti величины S -параметров и, соответственно, концентрация ВК не меняются. Этот эффект еще раз свидетельствует о том, что вакансии в данных сплавах подвижны уже при комнатной температуре. В то же время титан не только усиливает накопление вакансионных дефектов при деформации, но и стабилизирует их структуру. Титан в сплаве является надразмерной примесью. Как известно, такие примеси эффективно взаимодействуют с вакансиями с образованием комплексов вакансия-атом примеси. При низких температурах эти комплексы неподвижны или малоподвижны и являются центрами зарождения вакансионных кластеров, поскольку могут захватывать мигрирующие вакансии [10, 11]. Кроме того, благодаря образованию таких комплексов подавляется свободная миграция и отжиг вакансий на стоках. Таким

образом, титан усиливает накопление вакансионных дефектов при низких температурах, что и наблюдается при пластической деформации.

3.2. Отжиг после деформации

При исследовании деформированных образцов вклады от дефектов вакансионного типа и дислокаций обычно разделяют с помощью процедуры отжига. Известно [12], что вакансии начинают мигрировать к стокам (поверхность, границы зерен, дислокации) или образовывать вакансионные кластеры при температурах более низких, чем требуемые для рекристаллизации. На рис. 2 представлены результаты изохронного отжига образцов сплава Fe-Ni после деформации до различных значений $\Delta d/d$. Здесь же представлены данные для чистого никеля, деформированного на 45 %.

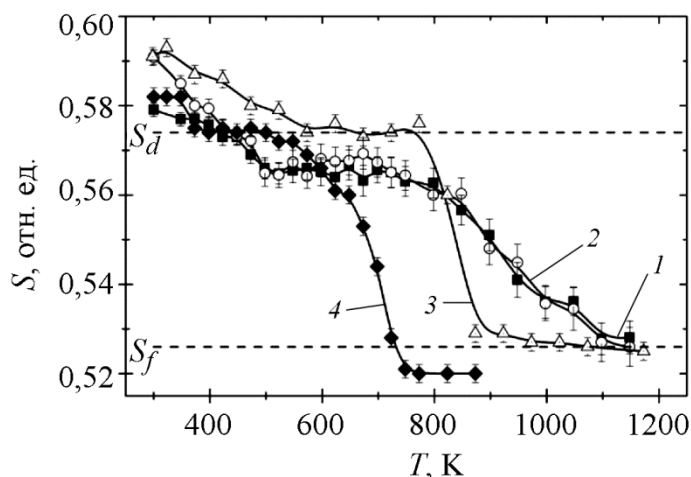


Рис. 2. Зависимость S -параметра от температуры изохронного отжига для никеля и сплава Fe-Ni с различной степенью предварительной деформации $\Delta d/d$: 1 – сплав Fe-Ni ($\Delta d/d = 20\%$); 2 – сплав Fe-Ni ($\Delta d/d = 56\%$); 3 – сплав Fe-Ni ($\Delta d/d = 92\%$); 4 – никель

Начало миграции и отжиг вакансий в Ni начинаются при температурах выше 350 K [1]. Как представлено на рис. 2, в деформированном Ni выше 350 K S -параметр падает и выходит на плато при 370 K. Вакансии в деформированном никеле полностью отжигаются при этой температуре, а дислокационная структура практически не меняется [1, 2]. Поэтому величина S -параметра на плато определяется аннигиляцией позитронов в захваченном дислокациями состоянии. Как известно, для степени деформации 45 % плотность дислокаций в никеле $\rho_d \geq 10^{15} \text{ м}^{-2}$ [12], что превышает уровень насыщения S -параметра по плотности дислокаций [5]. Таким образом, величина S -параметра на плато ($0,574 \pm 0,002$) соответствует величине S_d – значению параметра S_j для дислокаций. При температурах выше 550 K S -параметр снижается до исходного значения S_f в результате рекристаллизации.

Для деформированных сплавов Fe-Ni, также как и для Ni, наблюдаются две стадии возврата S -параметра. На первой стадии происходит отжиг ВК, который заканчивается при ≈ 500 K для сплавов, деформированных на 20 % и 56 % и при ≈ 580 K для сплава, деформированного на 92 %. После отжига ВК S -параметр для сплава с $\Delta d/d = 92\%$, как и в случае Ni, выходит на величину S_d , которая соответствует уровню насыщения S -параметра по дислокациям для никеля. Отсюда следует, что аннигиляционные характеристики (μ_d , S_d) для дислокаций в Fe-Ni совпадают с аналогичными для никеля ($\mu_d = 1,2 \cdot 10^4 \text{ м}^2/\text{с}$, $S_d = 0,574 \pm 0,002$). Для двух других сплавов значение S -параметра на плато лежит несколько ниже ($0,566 \pm 0,002$). В этих сплавах при отжиге вакансионных дефектов могла произойти частичная рекристаллизация, обусловленная переползанием дислокаций вследствие захвата ими вакансий [12, 13]. Более низкое зна-

чение S -параметра на дислокационном плато может также объясняться различием в дислокационной структуре, образовавшейся при деформации, и особенностями взаимодействия позитронов с дислокациями. Согласно модели захвата позитронов дислокациями [5] позитрон аннигилирует не на ядре дислокации, а в более глубоких ловушках, которыми являются связанные с дислокацией вакансии или ступеньки. При сильной деформации в сплаве формируется ячеистая структура. При этом в стенках ячеек возникают сплетения дислокаций. В результате возникновения большого количества ступенек, образующихся при пересечении дислокаций в сплетениях, в сплаве, деформированном на 92 %, чувствительность позитронов к дислокациям будет выше, чем в сплавах с меньшей степенью деформации и с более равномерным распределением дислокаций.

Начало рекристаллизации в сплавах Fe-Ni смещается в область высоких температур (до ≈ 800 K) по сравнению с чистым никелем, что согласуется с существующими в литературе представлениями [13]. После отжига дислокаций в результате рекристаллизации S -параметр выходит на исходное значение S_f . Следует отметить, что в сплавах, деформированных на 20 % и 56 %, рекристаллизация заканчивается при температуре ≈ 1100 K, тогда как в сплаве, деформированном на 92 %, дислокации отжигаются уже при $T \approx 900$ K. Такое различие в процессах рекристаллизации также может быть обусловлено особенностями дислокационной структуры. На рис. 3 представлены результаты изохронного отжига образцов сплава Fe-Ni-Ti после деформации на различных значений $\Delta d/d$.

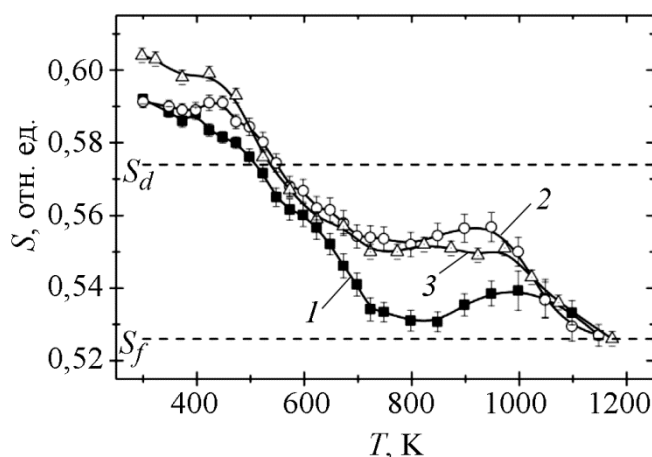


Рис. 3. Зависимость S -параметра от температуры изохронного отжига для сплава Fe-Ni-Ti с различной степенью предварительной деформации $\Delta d/d$: 1 – $\Delta d/d = 20$ %; 2 – $\Delta d/d = 47$ %; 3 – $\Delta d/d = 92$ %

Как видно из рис. 3, для всех образцов сплава Fe-Ni-Ti в процессе отжига в диапазоне температур 300–400 K S -параметр меняется слабо. Интенсивный отжиг ВК в Fe-Ni-Ti начинается при более высокой температуре (≈ 450 K) по сравнению с Fe-Ni (≈ 320 K). Все это еще раз свидетельствует о том, что титан усиливает термическую стабильность ВК. Благодаря образованию комплексов вакансии – атом титана в сплаве в процессе деформации формируются трехмерные ВК, декорированные атомами титана, которые являются термически более стабильными, чем «чистые» ВК. Поэтому их отжиг в сплаве Fe-Ni-Ti происходит при более высокой температуре, чем в сплаве Fe-Ni.

При температурах выше 700 K S -параметр выходит на плато, обусловленное захватом позитронов дислокациями. Следует отметить, что величина S -параметра для образцов сплава на плато находится значительно ниже уровня S_d . Как было показано нами в [6], в этом сплаве освобожденные в результате диссоциации ВК вакансии могут перезахватываться атомами титана с образованием комплексов титан-вакансия, подвижными при температурах 450–

750 К. Эти комплексы обеспечивают ускоренную диффузию и сегрегацию титана на дислокациях. При этом в случае, когда концентрация атомов Ti вблизи дислокаций превышает предел растворимости, происходит гетерогенное зарождение интерметаллидных частиц Ni₃Ti. Частицы выделений, присутствующие на дислокациях, препятствуют движению позитрона вдоль дислокационной линии и захвату их глубокими ловушками, в результате чего резко снижается чувствительность позитронов к дислокациям. При этом, как видно из рис. 3, наибольший эффект наблюдается для образца сплава, деформированного на 20 %. Это может быть обусловлено как более низкой плотностью дислокаций, так и меньшим количеством глубоких ловушек для позитронов, присутствующих в данном образце. Следует отметить, что согласно проведенным нами исследованиям [6] сами выделения Ni₃Ti не влияют непосредственно на аннигиляционные характеристики.

Следует также отметить, что в образцах, деформированных на 20 % и 47 %, при температурах выше 850 К наблюдается рост S-параметра. В сплаве Fe-Ni-Ti, отожженном на твердый раствор, при этих температурах происходит распад твердого раствора и термически-индуцированное образование интерметаллидных выделений. В деформированных сплавах, по-видимому, происходит укрупнение выделений, присутствующих на дислокациях, за счет растворения наиболее мелких частиц выделений и увеличение размера остальных частиц. При этом плотность выделений снижается, вследствие чего чувствительность позитронов к дислокациям частично восстанавливается.

Спад S-параметра до величины S_f в образцах сплава Fe-Ni-Ti происходит в диапазоне температур 1000–1200 К, т. е. начало высокотемпературной стадии отжига смещается на ≈ 200 К в область больших температур по сравнению со сплавом Fe-Ni. Частицы Ni₃Ti закрепляют дислокации, что и приводит к задержке рекристаллизации, хорошо известному для стареющих сплавов эффекту [13].

4. Заключение

Методом позитронной аннигиляционной спектроскопии изучена эволюция дефектной структуры Fe-Ni сплавов при пластической деформации и последующем изохронном отжиге. Результаты работы показали следующее.

1. Атомы титана взаимодействуют с вакансионными дефектами, усиливая накопление дефектов вакансионного типа, образующихся при деформации, и их термическую стабильность.
2. В процессе отжига вакансионных дефектов в сплаве Fe-Ni-Ti образуются подвижные комплексы вакансии – атом титана. Миграция этих комплексов приводит к сегрегации титана на стоках и гетерогенному зарождению частиц интерметаллидных выделений Ni₃Ti.
3. Частицы Ni₃Ti закрепляют дислокации, что приводит к задержке начала рекристаллизации по сравнению со сплавом Fe-Ni.
4. Частицы выделений, присутствующие на дислокациях, подавляют захват позитронов дислокациями. Этот эффект существенно зависит от дислокационной структуры, присутствующей в сплавах.
5. При температурах выше 850 К происходит укрупнение частиц выделений благодаря термически-индуцированному старению. В результате этого чувствительность позитронов к дислокациям частично восстанавливается.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Спин» № 01201463330) при частичной поддержке РФФИ (проект № 18-02-00270).

Литература

1. Dlubek G., Brummer O., Hensel E. Positron-annihilation investigation for an estimation of dislocation density and vacancy concentration of plastically deformed polycrystalline Ni of different purity // *Physica Status Solidi A-Applied Research*. – 1976. – Vol. 34, no. 2. – P. 737–746. – DOI: 10.1002/pssa.2210340239.
2. Impurity-induced vacancy clustering in cold-rolled nickel alloys as studied by positron annihilation techniques / G. Dlubek, R. Krauser, O. Brummer, Z. Michno, T. Gorecki // *Journal of Physics F: Metal Physics*. – 1987. – Vol. 17, no. 1. – P. 1333–1347. – DOI: 10.1088/0305-4608/17/6/008.
3. Grafutin V. I., Prokop'ev E. P. Positron annihilation spectroscopy in materials structure studies. – *Phys. Usp.* – 2002 – Vol. 45, no. 1. – P. 59–74. – DOI: 10.1070/PU2002v045n01ABEH000971.
4. Seeger A., Banhard F. Defect studies by positron annihilation – technique, achievement, problems, perspectives // *Helvetica Physica Acta*. – 1990. – Vol. 63. – P. 403–428.
5. Sensitivity of positron annihilation to plastic deformation / T. Wider, S. Hansen, U. Holzwarth, K. Maier // *Physical Review B*. – 1998. – Vol. 57, no. 9. – P. 5126–5139. – DOI: 10.1103/PhysRevB.57.5126.
6. Positron annihilation study of the microstructure evolution in deformed Fe-Ni austenitic alloys containing titanium / V. L. Arbuzov, A. P. Druzhkov, N. L. Pecherkina, S. E. Danilov, D. A. Perminov, V. V. Sagaadze // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2001. – Vol. 92, no 1. – P. 70–76.
7. Druzhkov A. P., Perminov D. A. Positron annihilation studies of microstructural changes in cold-worked Fe-Ni-base aging alloys // *Materials Science and Engineering: A*. – 2010. – Vol. 527. – P. 3877–3885. – DOI: 10.1016/j.msea.2010.03.083.
8. Eldrup M., Singh B. N. Studies of defects and defect agglomerates by positron annihilation spectroscopy // *Journal of Nuclear Materials*. – 1997. – Vol. 251. – P. 132–138. – DOI: 10.1016/S0022-3115(97)00221-3.
9. Druzhkov A. P., Perminov D. A., Pecherkina N. L. Positron annihilation spectroscopy characterization of effect of intermetallic nanoparticles on accumulation and annealing of vacancy defects in electron-irradiated Fe-Ni-Al alloy // *Philosophical Magazine*. – 2008. – Vol. 88. – P. 959–976. – DOI: 10.1080/14786430802014670.
10. Study of defect annealing in plastically deformed nickel by positron annihilation method / A. P. Druzhkov, S. M. Klotsman, V. G. Pushin, E. I. Likhodeevskaya // *Fizika Metallov i Metallovedenie*. – 1987. – Vol. 64, no 3. – P. 525–532.
11. Druzhkov A. P., Arbuzov V. L., Perminov D. A. Positron annihilation study of effects of Ti and plastic deformation on defect accumulation and annealing in electron-irradiated austenitic steels and alloys // *Journal of Nuclear Materials*. – 2005. – Vol. 341. – P. 153–163. – DOI: 10.1016/j.jnucmat.2005.01.021.
12. Ван-Бюрен Х. Г. Дефекты в кристаллах / пер. с англ. под ред. А. Н. Орлов, В. Р. Регель. – М. : Изд-во иностр. лит., 1962. – 584 с.
13. Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – 3-е изд., перераб и доп. – М. : МИСИС, 2005. – 432 с. – ISBN 5-87623-103-7.

Received: 15.10.2018

Revised: 07.11.2018

Accepted: 14.12.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.136-148

STUDYING THE EFFECT OF PLASTIC DEFORMATION ON THE MECHANICAL AND MAGNETIC CHARACTERISTICS OF HIGH-STRENGTH BIMETAL MATERIALS INTENDED FOR USE IN THE ARCTIC CLIMATE

E. A. Putilova^{a)*}, S. M. Zadvorkin^{b)}, E. S. Gorkunov^{c)}, and A. N. Mushnikov^{d)}

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

a)  <https://orcid.org/0000-0002-8508-8413>  tuevaevgenya@mail.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>  zadvorkin@imach.uran.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0003-1820-2746>  ges@imach.uran.ru;
d)  <https://orcid.org/0000-0001-7073-6476>  mushnikov@imach.uran.ru

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

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russian Federation
Tel.: +7 (343) 362 30 29

The paper presents the results of investigation of the mechanical and magnetic properties of bimetal high-strength materials, produced by explosion welding and operating under arctic climate conditions, depending on the magnitude of cold rolling reduction. The main layer in the materials is made of the 15KhN4MDF high-strength steel and the clad layers are constituted by two different corrosion-resistant steels, 08Kh18N10 and 04Kh20N6G11M2AFB, with different austenite stabilities. Cold rolling with different reduction ratios is performed in order to simulate the effect of plastic deformation on the properties of high-strength bimetal materials and to estimate the applicability of nondestructive magnetic methods to the diagnostics of the state of such materials, as well as of their individual constituents. The mechanical and magnetic properties of the constituents (the hull steel and the corrosion-resistant steels with different austenite stabilities) are compared with those of the bimetals. It is reported that the values of microhardness near the welded joint increase in all the bimetals under investigation. The dependences of the strength characteristics on the values of the reduction ratio have been obtained. Informative magnetic parameters, uniquely varying with an increase in the rolling ratio, have been established. These parameters could later be used to develop nondestructive methods of testing the state of bimetallic materials under operation.

Keywords: clad steel, explosion welding, bimetal, strength, corrosion resistance, magnetic properties, differential magnetic permeability.

Acknowledgment

The work was financially supported by the RFBR, grant No. 16-38-60027. The equipment of the Plastometriya collective use center was used in the research.

References

1. Kalinin G.Yu., Mushnikova S.Yu., Fomina O.V., Kharkov O.A. Two-layered clad steel with elevated corrosion-erosion resistance. In: *V Mezhdunarodnaya konferentsiya-shkola po khimicheskoy tekhnologii* [The 5th International Conference on Chemical Technology ICCT'16: proceedings of the satellite conference of the 20th Mendeleev Congress on General and Applied Chemistry: in 3 volumes]. Volgograd, Volgogradskiy Gosudarstvennyi Tekhnicheskiy Universitet Publ., 2016, pp. 231–232. (In Russian).

2. Oryshchenko A.S., Malyshevsky V.A., Khlusova E.I. Modern structural steels for the Arctic. *Sudostroenie*, 2013, no. 3, pp. 46–49. (In Russian).
3. Khlusova E.I. Modern advances in the creation of cold-resistant structural steels for the Arctic applications. In: *Nauchno-tekhnicheskiiy progress v chernoy metallurgii* [Scientific and Technical Progress in the Steel Industry: Proceedings of the 2nd International Scientific and Technical Conference]. Cherepovets, Cherepovetskiy Gosudarstvennyi Universitet Publ., 2015, pp. 18–20. (In Russian).
4. Chernyshov E.A., Romanov A.D., Romanova E.A. High-strength shipbuilding steels and alloys. *Metallurg*, 2016, no. 2, pp. 59–63. (In Russian).
5. Sagaradze V.V., Kataeva N.V., Mushnikova S.Yu., Kalinin G.Yu., Kharkov O.A., Kostin S.K., Parmenova O.N. Structure and properties of two-layer steel used for Arctic vessels' hulls building. *Inorganic Materials: Applied Research*, vol. 7, iss. 6, pp 815–823. DOI: 10.1134/S2075113316060198.
6. Gorkunov E.S., Zadvorkin S.M., Putilova E.A., Povolotskaya A.M., Goruleva L.S., Veretennikova I.A., Kamantsev I.S. The application of magnetic structural phase analysis for the diagnostics of the state of a 08X18H10T Steel-CT 3 steel composite material and its components that were subjected to plastic deformation. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2012, vol. 48, no. 6, pp. 346–356. DOI: 10.1134/S1061830912060022.
7. Gorkunov E.S., Zadvorkin S.M., Putilova E.A. Magnetic estimation of stresses applied to a two-layer steel CT3-steel 08X18H10T composite material during elastoplastic deformation by uniaxial tension. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2012, vol. 48, no. 8, pp. 495–504. DOI: 10.1134/S1061830912080050.
8. Sagaradze V.V., Kataeva N.V., Mushnikova S.Y., Khar'kov O.A., Kalinin G.Yu., Yampol'skii V.D. Structural transformations in hull material clad by nitrogen stainless steel using various methods. *The Physics of Metals and Metallography*, 2014, vol. 115, no. 2, pp. 202–210. DOI: 10.1134/S0031918X1402015X.
9. Dhib Zina, Guermazi Noamen, Ktari Ahmed, Gasperini Monique, Haddar Nader. Mechanical bonding properties and interfacial morphologies of austenitic stainless steel clad plates. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, vol. 696, pp. 374–386. DOI: 10.1016/j.msea.2017.04.080.
10. Dhib Zina, Guermazi Noamen, Gasparini Monique, Haddar Nader. Cladding of low-carbon steel to austenitic stainless steel by hot-roll bonding: Microstructure and mechanical properties before and after welding. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, vol. 656, pp. 130–141. DOI: 10.1016/j.msea.2015.12.088.
11. Kaya Yakup, Kahraman Nizamettin. An investigation into the explosive welding/cladding of Grade A ship steel/AISI 316L austenitic stainless steel. *Materials & Design*, 2013, vol. 52, pp. 367–372. DOI: 10.1016/j.matdes.2013.05.033.
12. Corigliano Pasqualino, Crupi Vincenzo, Guglielmino Eugenio, Sili Andrea Mariano. Full-field analysis of AL/FE explosive welded joints for shipbuilding applications. *Marine Structures*, 2018, vol. 57, pp. 207–218. DOI: 10.1016/j.marstruc.2017.10.004.
13. Graham Gedge. Structural uses of stainless steel — buildings and civil engineering. *Journal of Constructional Steel Research*, 2008, vol. 64, no. 11, pp. 1194–1198. DOI: 10.1016/j.jcsr.2008.05.006.
14. Konovalov D.A., Veretennikova I.A. Study on mechanical properties of a bimetallic composite produced by explosion welding under incremental plastic deformation. *Letters on materials*, 2018, vol. 8, no. 2 (30), pp. 215–219. DOI: 10.22226/2410-3535-2018-2-215-219.
15. Grudev A.P. *Teoriya prokatki* [Theory of Rolling]. Moscow, Intermet Inzhiniring Publ., 2001, 280 p. (In Russian).
16. Gulyaev A.P. *Metallovedenie* [Physical metallurgy]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1978, 648 p. (In Russian).
17. Gorkunov E.S., Putilova E.A., Zadvorkin S.M., Makarov A.V., Pecherkina N.L., Kalinin G.Y., Mushnikova S.Y., Fomina O.V. Investigation of the structure and properties of the material of various zones of the welded joint of the austenitic nitrogen-containing steel upon elastoplastic

deformation. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 11, pp. 1152–1162. DOI: 10.1134/S0031918X16110065.

18. Deryagin A.I., Zavalishin V.A., Sagaradze V.V., Kuznetsov A.R., Vil'danova N.F., Ivchenko V.A., Efros B.M. Effect of composition and temperature on the redistribution of alloying elements in Fe-Cr-Ni alloys during cold deformation. *The Physics of Metals and Metallography*, 2008, vol. 106, no. 3, pp. 291–301. DOI: 10.1134/S0031918X08090093.

19. Kondorsky E.I. The nature of the high coercive force of fine ferromagnets and the theory of single-domain structure. *Izv. AN SSSR: Seriya Fizicheskaya*, 1952, vol. XVI, no. 4, pp. 398–411. (In Russian).

20. Preobrazhensky A. A. *Magnitnye materialy i elementy* [Magnetic Materials and Elements]. Moscow, Vysshaya Shkola Publ., 1976, 336 p. (In Russian).

Подана в журнал: 15.10.2018

УДК 537.622

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.136-148

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПЛАСТИЧЕСКОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ВЫСОКОПРОЧНЫХ СЛОИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ ДЛЯ РАБОТЫ В АРКТИЧЕСКОМ КЛИМАТЕ

Е. А. Путилова^{а)*}, С. М. Задворкин^{б)}, Э. С. Горкунов^{в)}, А. Н. Мушников^{г)}

ИМАШ УрО РАН, ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, Российская Федерация

- ^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-8508-8413>  tuevaevgenya@mail.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>  zadvorkin@imach.uran.ru;
^{в)}  <https://orcid.org/0000-0003-1820-2746>  ges@imach.uran.ru;
^{г)}  <https://orcid.org/0000-0001-7073-6476>  mushnikov@imach.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: tuevaevgenya@mail.ru

Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, 620049, Екатеринбург, Российская Федерация

Тел.: +7 (343) 362–30–29

В работе представлены результаты исследования механических и магнитных свойств двухслойных высокопрочных материалов, основной слой, в котором выполнен из корпусной высокопрочной стали 15ХН4МДФ, а плакирование – двумя разными коррозионностойкими сталями с разной стабильностью аустенита 08Х18Н10 и 04Х20Н6Г11М2АФБ, полученных по технологии сварки взрывом и эксплуатируемых в арктическом климате, в зависимости от величины обжатия при холодной прокатке. Холодную прокатку на разные степени обжатия проводили с целью моделирования влияния пластического деформирования на свойства высокопрочных биметаллических материалов и определения возможности применения неразрушающих магнитных методов для диагностики состояния таких материалов, а также отдельных компонентов в их составе. Проведено сравнение механических и магнитных свойств отдельных компонентов (корпусной и коррозионностойких сталей с разной стабильностью аустенита) с биметаллами, которые они образуют. Отмечено увеличение значений микротвердости вблизи сварного соединения во всех исследованных биметаллах. Получены зависимости прочностных характеристик от величины обжатия. Установлены информативные магнитные параметры, однозначно изменяющиеся с увеличением степени прокатки, и которые в дальнейшем можно было бы использовать при разработке методик неразрушающей диагностики состояния биметаллических материалов в процессе эксплуатации.

Ключевые слова: плакированная сталь, сварка взрывом, биметалл, прочность, коррозионная стойкость, магнитные свойства, дифференциальная магнитная проницаемость.

1. Введение

Развитие современной промышленности тесно связано с созданием и внедрением как новых технологий, так и перспективных материалов, которые удовлетворяли бы постоянно повышающимся требованиям к их прочностным и технологическим свойствам, а также долговечности, надежности и экономичности конструкций. Одним из эффективных решений отмеченной проблемы является разработка и создание нового поколения металлических материалов с иерархически организованной структурой, к которым в частности относятся многокомпонентные или многослойные материалы. Слои или компоненты таких материалов по отдельности обладают разными комплексами требуемых свойств, но при их соединении возможно получение материала, который будет сочетать в себе преимущества каждого из слоев.

Так, например, двухслойные материалы, плакированные коррозионностойкими сталями, находят все более широкое применение в качестве материалов для несущих корпусных конструкций, работающих в условиях агрессивных сред. Двухслойные материалы в качестве корпусного материала начали применять еще во второй половине XX в. [1, 2] для обеспечения высокой коррозионной и коррозионно-эрозионной стойкости атомных ледоколов. В настоящее время развитие арктических регионов и осуществление масштабных проектов в северных широтах приводит к необходимости применения более мощных ледоколов, что приводит к большим ледовым нагрузкам и как следствие необходимости применения передовых коррозионностойких материалов, обладающих при этом еще и высокими прочностными характеристиками [1–5].

Однако при диагностике состояния подобных материалов возникают сложности, поскольку изменения под действием приложенных нагрузок могут происходить в разных сталях по-разному [6, 7]. В связи с этим исследование возможности применения неразрушающих магнитных методов для оценки изменений, происходящих в перспективных слоистых материалах, в особенности в их отдельных компонентах, под действием пластического или упругопластического деформирования является весьма актуальной задачей.

Конструкционные материалы, плакированные коррозионностойкими сталями по различным технологиям, уже активно изучаются исследователями из разных стран [5, 8–14]. В работе изучены изменение механических и магнитных свойств в зависимости от величины обжатия при холодной прокатке двухслойных материалов, полученных по технологии сварки взрывом, основной слой в которых представлен конструкционной сталью 15ХН4МДФ, а плакирование осуществляли сталями с разной стабильностью аустенита – стали 08Х18Н10 и 04Х20Н6Г11М2АФБ.

2. Материалы и методика

Образцы для исследований вырезали из листовых заготовок корпусной стали 15ХН4МДФ, коррозионностойкой стали 08Х18Н10 и азотсодержащей стали 04Х20Н6Г11М2АФБ. Химический состав исследованных сталей представлен в табл. 1. Двухслойные материалы для дальнейшего исследования (сталь 15ХН4МДФ – сталь 08Х18Н10 и сталь 15ХН4МДФ – сталь 04Х20Н6Г11М2АФБ) получали по технологии сварки взрывом в заводских условиях (ООО «Уралтехнопроект») и последующей холодной прокатки на разные степени деформации с целью исследовать возможность применения магнитных методов диагностики для оценки изменений, происходящих при пластической деформации в структуре, фазовом составе и физико-механических свойствах исследуемых двухслойных материалов. Отдельные компоненты подвергали такой же деформационной обработке, что и биметаллы. Для удобства обозначения в дальнейшем биметалл «сталь 15ХН4МДФ – сталь 08Х18Н10» будем обозначать как НК, а биметалл «сталь 15ХН4МДФ – сталь 04Х20Н6Г11М2АФБ» – АК.

Таблица 1 – Химический состав исследованной стали

Материал	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	Ti	Nb+V	N
Сталь 04Х20Н6Г11М2АФБ	0,07	0,22	10,97	0,02	0,01	18,64	6,74	1,74	0,07	0,01	0,35	0,54
Сталь 08Х18Н10	0,06	0,58	0,98	0,04	0,01	19,04	7,84	0,08	0,05	0,01	0,18	–
Сталь 11ХН4МДФ	0,11	0,24	0,40	0,01	0,003	0,68	4,18	0,46	1,28	–	0,16	–

Прокатку осуществляли при комнатной температуре вдоль длинной оси заготовок на станке «ЦКБММ ДУО-200» с диаметром валков 250 мм. Скорость прокатки составляла примерно 40 мм/с. Степень деформации прокаткой оценивали по показателю

условное относительное обжатие (далее по тексту обжатие) ε_{np} , которое определяли по формуле [15]:

$$\varepsilon_{np} = \frac{h_0 - h_1}{h_0},$$

где h_0 , h_1 – толщина заготовки до и после прокатки соответственно. Величина обжатия после холодной прокатки указана в табл. 2. Следует отметить, что степень деформации отдельных компонент в биметалле отличается от ε_{np} для пакета в целом.

Для оценки прочности соединения слоев в биметаллах после сварки взрывом проводили испытания на срез коррозионностойкого слоя на современной универсальной испытательной машине Tinius Olsen Super L-60. Схема образцов для проведения испытаний на срез представлена на рис. 1. После сварки взрывом прочность соединения для обоих исследованных биметаллов НК0 и АК0 составляет 560 МПа. Эти значения являются вполне достаточным для обеспечения прочного неразъемного соединения материалов подобного класса.

Таблица 2 – Величина обжатия биметалла и каждого слоя в пакете

АК ε_{np}	0	0,20	0,31	0,41	0,49
Сталь 04X20H6Г11М2АФБ $\varepsilon_{азот}$	0	0,10	0,20	0,30	0,38
Сталь 11ХН4МДФ $\varepsilon_{корп}$	0	0,24	0,40	0,46	0,53
НК ε_{np}	0	0,20	0,30	0,41	0,51
Сталь 08Х18Н10 $\varepsilon_{нерж}$	0	0,21	0,31	0,40	0,51
Сталь 11ХН4МДФ $\varepsilon_{корп}$	0	0,18	0,36	0,45	0,54

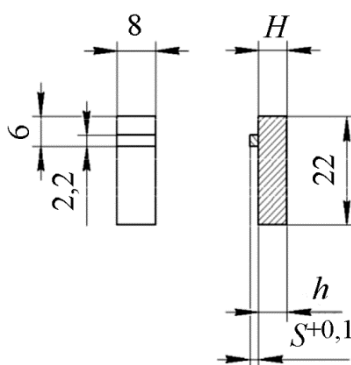


Рис. 1. Образец для испытаний на срез

Количество образовавшейся в процессе холодной прокатки ферромагнитной фазы в коррозионностойкой стали 08Х18Н10 определяли методом гомологических пар по результатам рентгеноструктурного анализа, проведенного на рентгеновском дифрактометре SHIMADZU XRD-7000.

Микротвердость по Виккерсу в поперечном сечении полученных материалов определяли на микротвердомере SHIMADZU при нагрузке на индентор 0,49 Н.

Измерение магнитных характеристик проводили в замкнутой магнитной цепи на магнитоизмерительном комплексе REMAGRAPH C-500. Намагничивание образцов осуществляли вдоль продольной оси. В условиях замкнутой магнитной цепи напряженность внутреннего магнитного поля достигала 550 А/см. Из петель магнитного гистерезиса определяли коэрцитивную силу H_c , остаточную индукцию B_r и намагниченность насыщения M_s .

Погрешность измерения поля и индукции не превышала 3 %. Из основной кривой намагничивания определяли максимальную магнитную проницаемость $\mu_{\text{макс}}$. При помощи дифференцирования нисходящих ветвей петель магнитного гистерезиса получали полевые зависимости дифференциальной магнитной проницаемости $\mu_{\text{диф}}$ (далее на рис. 6 приведены только те участки полевых зависимостей $\mu_{\text{диф}}$, на которых формируются максимумы проницаемости). В ходе проведения экспериментов было установлено, что петли магнитного гистерезиса для всех исследованных материалов, за исключением коррозионностойких сталей, близки к предельным, т. е. величина $M_{\text{макс}}$ близка к намагниченности насыщения M_s . По виду петель гистерезиса образцов из стали 08X18H10 [6] видно, что в образцах из этой стали в использованном нами диапазоне магнитных полей не достигается состояние технического насыщения, и, следовательно, $M_{\text{макс}} < M_s$. Поэтому в дальнейшем используется термин максимальная намагниченность или намагниченность в максимальном приложенном поле и обозначается $M_{\text{макс}}$. Величина максимальной намагниченности пропорциональна величине намагниченности насыщения материала. В работе приведены значения максимальной намагниченности в единицах Тл, при этом она обозначается как $\mu_0 M_{\text{макс}}$, где $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ Гн/м – магнитная постоянная.

3. Результаты и их обсуждение

В поперечном сечении полученных двухслойных образцов было проведено измерение микротвердости. На рис. 2 а представлены распределения микротвердости для биметалла НК, прокатанного с разными степенями обжатия, а на рис. 2 б – для сравнения представлены распределения микротвердости для биметаллов АК20 и НК20, т. е. с одинаковой величиной обжатия. Для всех исследованных образцов вблизи границы раздела двух материалов (т. е. в зоне сварного шва) наблюдаются более высокие значения микротвердости. Возможно, это обусловлено деформационным упрочнением материалов в процессе сварки взрывом, и дальнейшая холодная прокатка не может привести к полному выравниванию свойств по сечению. Из рис. 2 а хорошо видно, что с увеличением обжатия микротвердость стали 08X18H10 увеличивается примерно от HV0,05 300 до HV0,05 500 (для сравнения брали значения с внешней стороны образца). Столь интенсивный рост микротвердости обусловлен протеканием фазового превращения в процессе холодной деформации с образованием в стали 08X18H10 α' -мартенсита деформации. Результаты проведенного рентгенофазового анализа подтвердили наличие новообразовавшейся фазы в слое из стали 08X18H10, причем с увеличением величины обжатия, количество мартенсита деформации растет (рис. 3). Следует отметить, что до значений обжатия $\varepsilon_{\text{пр}} = 0,30$ как количество мартенсита деформации, так и значения микротвердости растут более интенсивно, при больших величинах обжатия интенсивность роста этих значений снижается.

На рис. 2 б для сравнения представлены распределения микротвердости для биметаллов АК и НК, прокатанных с одинаковыми степенями обжатия $\varepsilon_{\text{пр}} = 0,20$. Для слоя из стали 15ХН4МДФ значения микротвердости в составе биметалла АК немного выше, чем в биметалле НК. Возможно, это объясняется тем, что при одинаковой величине обжатия биметаллов, обжатие именно этого слоя в составе АК выше, чем в составе биметалла НК. Азотсодержащая сталь 04Х20Н6Г11М2АФБ изначально обладает более высокими значениями прочностных свойств по сравнению со сталью 08X18H10.

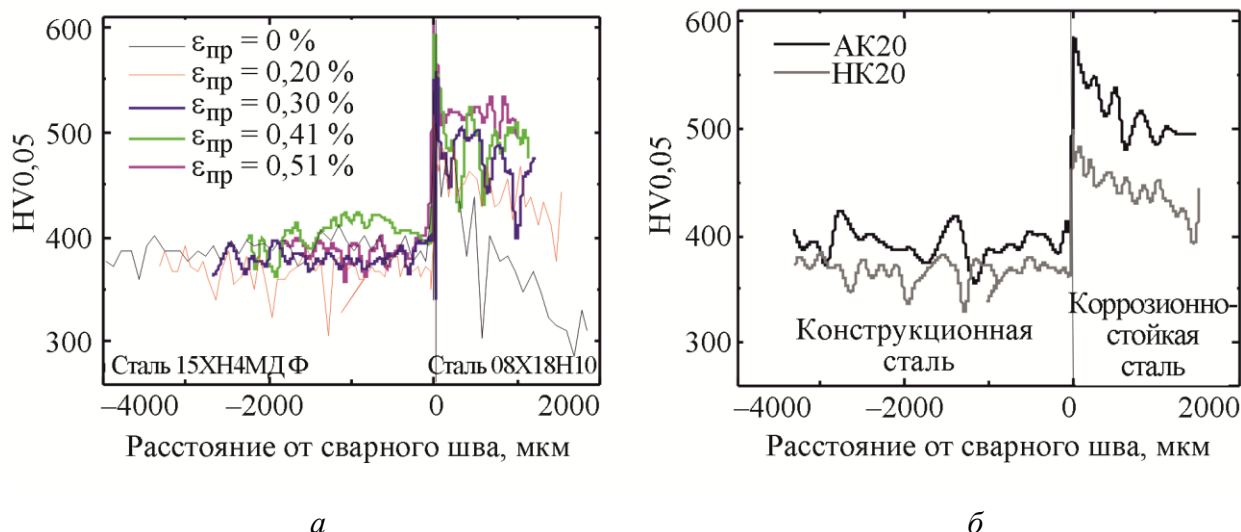


Рис. 2. Распределение микротвердости в поперечном сечении исследованных биметаллических образцов

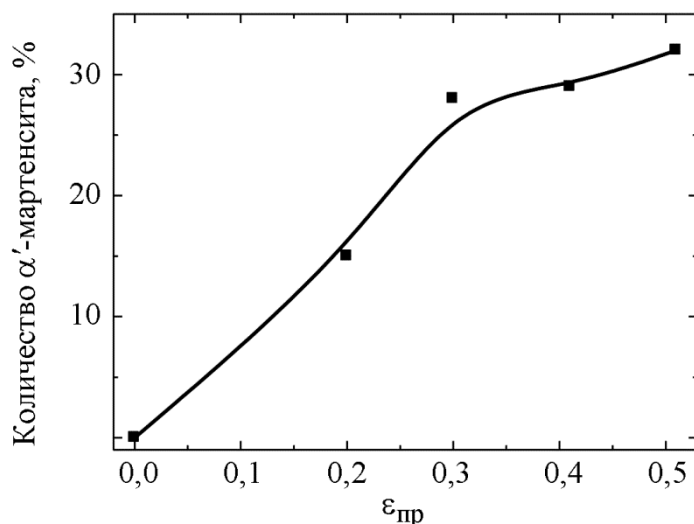


Рис. 3. Зависимость количества мартенсита деформации, определенного методом рентгенофазового анализа, от величины обжатия

Зависимости прочностных характеристик (условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ и временного сопротивления σ_B) в зависимости от величины обжатия исследованных материалов представлены на рис. 4. В исходном состоянии наибольшими значениями прочностных свойств обладают полученные сваркой взрывом биметаллы, основной вклад в формирование свойств которых вносит слой из высокопрочной корпусной стали. Однако наибольшие значения деформационного упрочнения вследствие холодного деформирования прокаткой обладают коррозионностойкие стали 08X18H10 и 04X20H6Г11М2АФБ. Упрочнение в первой в основном происходит за счет протекания фазового превращения и образования в структуре более прочной фазы – мартенсита деформации [16] (рис. 3), а во второй – за счет увеличения плотности дислокаций в сочетании с наличием в структуре мелкодисперсных нитридов [17].

Пластическая деформация приводит к возрастанию значений условного предела текучести и временного сопротивления разрыву всех исследованных материалов. При значениях обжатия $\varepsilon_{пр} = 0,20$ и выше наибольшие прочностные свойства демонстрирует азотсодержащая сталь 04X20H6Г11М2АФБ. Если сравнить два полученных биметалла, то наибольшей

способностью к деформационному упрочнению обладает биметалл НК, чем АК. Рост прочностных показателей НК с увеличением обжатия составляет 35 %, а для АК – не больше 15 %. И если в исходном состоянии уровень прочностных свойств биметалла АК был выше, то при деформации $\varepsilon_{пр} > 0,20$ наибольшие значения характерны для биметалла НК.

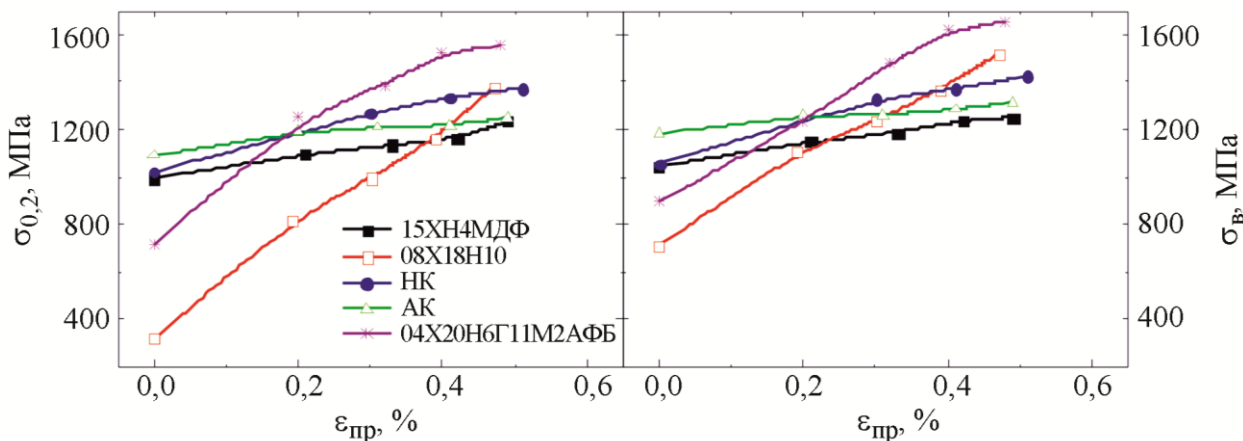


Рис. 4. Зависимости условного предела текучести и временного сопротивления разрыву от величины обжатия

На рис. 5 представлены результаты измерений магнитных характеристик сталей 18ХН4МДФ и 08Х18Н10 и биметаллов НК и АК в зависимости от величины обжатия $\varepsilon_{пр}$. Для азотсодержащей стали характеристики не представлены, так как эта сталь, как в исходном состоянии, так и после максимального обжатия остается парамагнетиком, и изменения ее магнитных характеристик не происходят. Для стали 08Х18Н10 видно, что для коэрцитивной силы характерна неоднозначная зависимость от степени обжатия. До деформации $\varepsilon_{пр} = 0,20$ наблюдается увеличение H_c . Это может быть обусловлено, во-первых, увеличением плотности дислокаций при прокатке. Во-вторых, согласно литературным данным [18], выделения ферромагнитной фазы, образовавшиеся в Fe-Cr-Ni сплавах на начальных стадиях деформации, достаточно мелкие – примерно 8 нм. Это намного меньше критического размера однодоменного состояния сплавов на основе железа (около 50 нм [19, 20]). Для однодоменного состояния характерны высокие значения коэрцитивной силы, часто сопоставимые по величине с полем магнитокристаллической анизотропии (для чистого железа – 400 А/см [19]). При величине обжатия больше 0,20 значения коэрцитивной силы снижаются, хотя плотность дислокаций увеличивается. Это, возможно, объясняется тем, что количество и размер выделений магнитоупорядоченной фазы (в нашем случае мартенсита) увеличиваются и энергетически выгодным становится многодоменное состояние магнитоупорядоченной фазы. Поэтому можно сделать вывод о том, что фактор изменения размера выделений α' -фазы превалирующе влияет на процессы перемагничивания и, соответственно, на величину коэрцитивной силы стали 08Х18Н10. Коэрцитивная сила стали 15ХН4МДФ при обжатии $\varepsilon_{пр} = 0,40$ изменяется незначительно, практически в пределах погрешности измерения. Однако при $\varepsilon_{пр} > 0,40$ заметно снижение H_c примерно на 9 %. Коэрцитивная сила биметалла НК практически не изменяется с увеличением обжатия. Для биметалла АК коэрцитивная сила меняется с минимумом в районе величины обжатия 0,35.

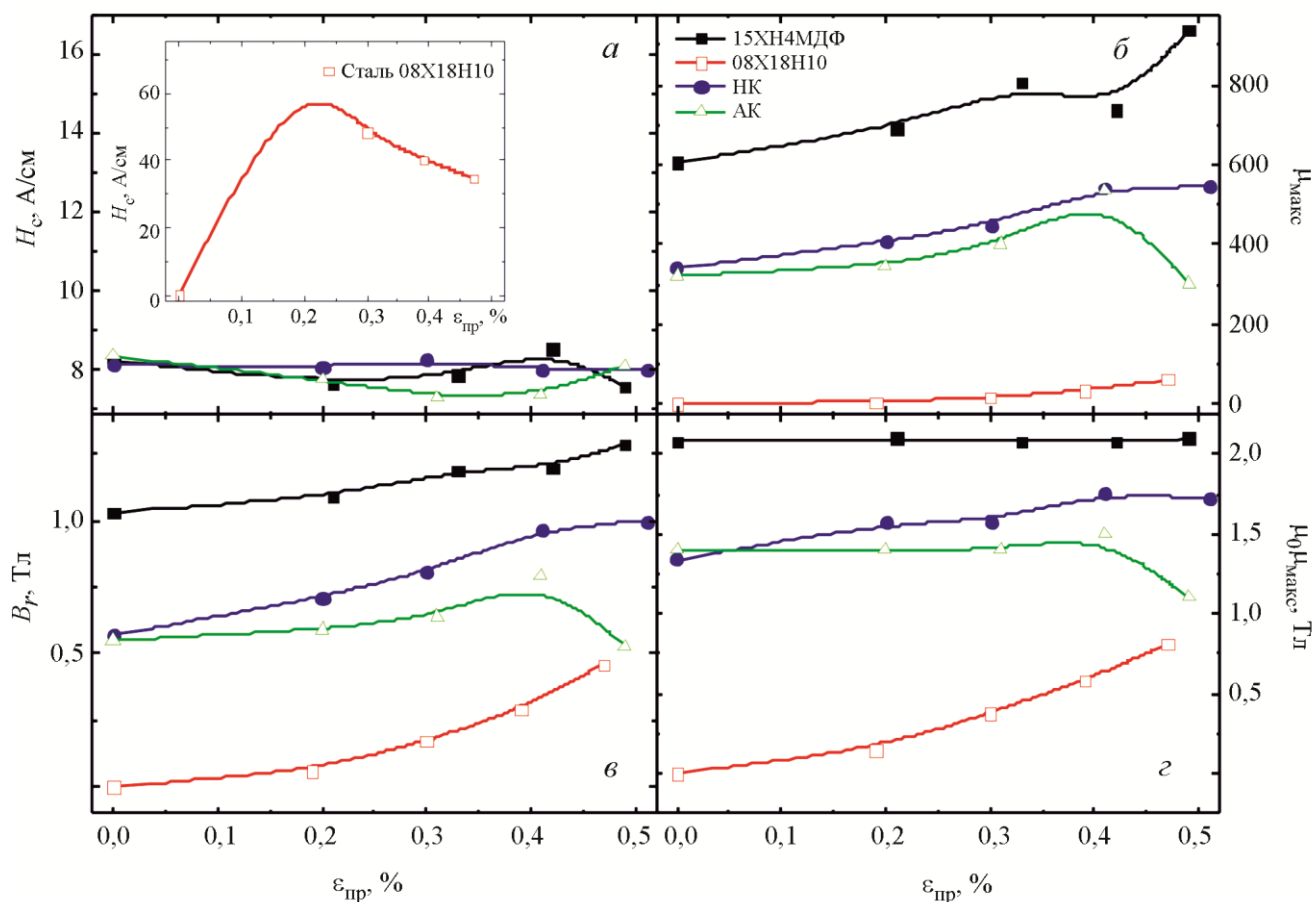


Рис. 5. Изменение магнитных характеристик (коэрцитивной силы (*а*), максимальной магнитной проницаемости (*б*), остаточной индукции (*в*) и намагниченности в максимальном приложенном поле (*з*)) сталей 18ХН4МДФ и 08Х18Н10 и биметаллов НК и АК в зависимости от величины обжатия $\varepsilon_{пр}$

Значения остаточной индукции, максимальной магнитной проницаемости для сталей 18ХН4МДФ и 08Х18Н10 и биметалла НК изменяются однозначно во всем интервале величин обжатия. Для биметалла АК эти изменения однозначны до величин обжатия $\varepsilon_{пр} = 0,41$. Это позволяет использовать их в качестве информативных параметров при разработке методик неразрушающего контроля оценки степени пластического деформирования материала.

Намагниченность в максимальном приложенном поле для корпусной стали 15ХН4МДФ и для биметалла АК (до $\varepsilon_{пр} = 0,40$) остается неизменной. Для коррозионностойкой стали 08Х18Н10 и биметалла НК, плакированной этой сталью, характерно монотонное возрастание значений намагниченности в максимальном приложенном поле. Это обусловлено образованием новой ферромагнитной фазы – мартенсита деформации.

Следует отметить, что для образца АК49 (с максимальной величиной обжатия $\varepsilon_{пр} = 0,49$) наблюдается снижение значений намагниченности в максимальном приложенном поле. Возможно, это обусловлено тем, что при больших степенях деформации увеличивается способность атомов легирующих элементов (азота) одной стали (в нашем случае азотсодержащей стали 04Х20Н6Г11М2АФБ) диффундировать в менее легированную сталь (корпусную 15ХН4МДФ) с образованием в ней твердых растворов внедрения, которые могут приводить к снижению намагниченности материала в целом.

На рис. 6 приведены полевые зависимости дифференциальной магнитной проницаемости для биметаллов АК (рис. 6 *а*) и НК (рис. 6 *б*), прокатанных с разными степе-

ниями обжата, а также только те участки полевых зависимостей $\mu_{\text{диф}}$, на которых формируются максимумы проницаемости. Количество пиков на полевых зависимостях дифференциальной магнитной проницаемости позволяет судить о количестве ферромагнитных фаз в исследуемом материале. Для биметалла АК видно, что на полевой зависимости дифференциальной магнитной проницаемости формируется один пик, соответствующий ферриту в слое из стали 15ХН4МДФ. Азотсодержащая сталь имеет чисто аустенитную структуру даже при максимальных величинах обжата. Для биметалла НК на полевой зависимости в более сильных полях происходит формирование второго пика, соответствующего новообразовавшейся ферромагнитной фазе – мартенситу деформации. На рис. 6 а также приведено изменение поля пика в зависимости от величины обжата. Характер изменения поля пика аналогичен характеру изменения коэрцитивной силы материала. Что же касается коррозионностойких метастабильных сталей, то по значению максимума можно оценивать, протекают ли в стали фазовые превращения и интенсивность их протекания.

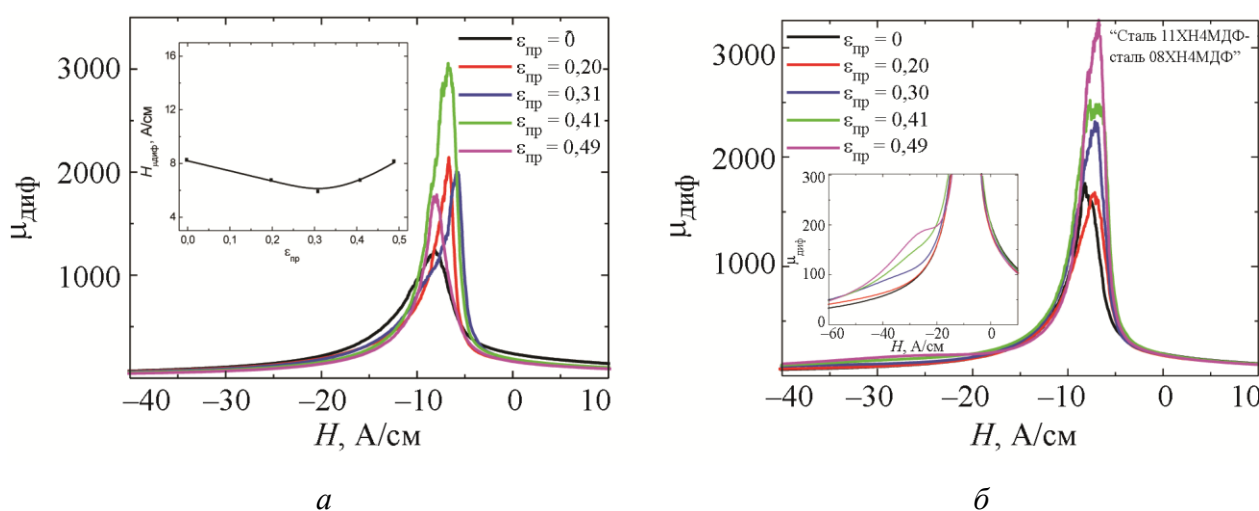


Рис. 6. Полевые зависимости дифференциальной магнитной проницаемости для биметаллов АК (а) и НК (б), прокатанных с разными степенями обжата

Такие магнитные характеристики как коэрцитивная сила, остаточная индукция и максимальная магнитная проницаемость дают интегральное представление обо всем исследуемом материале в целом. Соответственно они не позволяют получить информацию об изменениях, происходящих в одном из слоев. Так, например, в исследуемых коррозионностойких материалах необходимо отслеживать образование мартенсита деформации в структуре, так как оно влечет за собой снижение стойкости к межкристаллитной коррозии и как следствие – ухудшение эксплуатационных свойств материала в целом. В данном случае использование для оценки изменений, происходящих при пластическом деформировании в высокопрочных биметаллических материалах, полевых зависимостей дифференциальной магнитной проницаемости является оправданным, т. к. можно получить информацию о состоянии отдельных слоев.

4. Заключение

Для всех двухслойных образцов «сталь 15ХН4МДФ – сталь 08Х18Н10» и «сталь 15ХН4МДФ – сталь 04Х20Н6Г11М2АФБ», прокатанных с разной величиной обжата, установлено увеличение микротвердости в зоне соединения слоев, что обусловлено деформационным упрочнением материала в процессе сварки взрывом.

В исходном состоянии наибольшие значения прочностных характеристик характерны для биметаллов «сталь 15ХН4МДФ – сталь 08Х18Н10» и «сталь 15ХН4МДФ – сталь 04Х20Н6Г11М2АФБ», а не компонентов их составляющих. Наибольшее деформационное упрочнение при пластической деформации холодной прокаткой наблюдается у коррозионно-стойких сталей 08Х18Н10 и 04Х20Н6Г11М2АФБ. При величине обжатия 0,20 и выше сталь 04Х20Н6Г11М2АФБ обладает наибольшими значениями условного предела текучести и временного сопротивления разрыву среди всех исследованных материалов. При максимальных величинах деформации прокаткой прочностные свойства биметаллов «сталь 15ХН4МДФ – сталь 08Х18Н10» и «сталь 15ХН4МДФ – сталь 04Х20Н6Г11М2АФБ» имеют промежуточные значения между коррозионно-стойкими сталями и корпусной сталью.

Остаточная индукция, максимальная магнитная проницаемость для сталей 18ХН4МДФ и 08Х18Н10 и биметалла НК при увеличении величины обжатия при холодной прокатке ведут себя однозначно, что позволяет использовать их для оценки степени пластической деформации подобных материалов.

Значения максимумов на полевых зависимостях дифференциальной магнитной проницаемости слоистых материалов могут служить параметрами для диагностики образования новой магнитно-упорядоченной фазы и ее количества, образующейся в процессе пластической деформации. Значения полей, при которых формируются максимумы на зависимостях дифференциальной магнитной проницаемости от напряженности магнитного поля слоистых материалов и их отдельных компонентов, могут быть использованы для оценки степени деформации прокаткой.

Благодарность

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ №16-38-60027. При выполнении работы использовано оборудование ЦКП «Пластометрия».

Литература

1. Двухслойная плакированная сталь с повышенной коррозионно-эрозионной стойкостью / Г. Ю. Калинин, С. Ю. Мушникова, О. В. Фомина, О. А. Харьков // V Международная конференция-школа по химической технологии ХТ'16 : сборник тезисов докладов сателлитной конференции XX Менделеевского съезда по общей и прикладной химии: в 3-х томах. – Волгоград : Волгоградский государственный технический университет, 2016. – С. 231–232. (In Russian).
2. Орыщенко А. С., Малышевский В. А., Хлусова Е. И. Современные конструкционные стали для Арктики // Судостроение. – 2013. – № 3. – С. 46–49.
3. Хлусова Е. И. Современные достижения в создании хладостойких конструкционных сталей для Арктики // Научно-технический прогресс в черной металлургии : материалы II Международной научно-технической конференции. – Череповец : Череповецкий государственный университет, 2015. – С. 18–20.
4. Чернышов Е. А., Романов А. Д., Романова Е. А. Высокопрочные судостроительные стали и сплавы // Металлург. – 2016. – № 2. – С. 59–63.
5. Структура и свойства плакированной двухслойной стали для корпусов арктических судов / В. В. Сагарадзе, Н. В. Катаева, С. Ю. Мушникова, Г. Ю. Калинин, О. А. Харьков, С. К. Костин, О. Н. Парменова // Вопросы материаловедения. – 2015. – № 3 (83). – С. 14–25.
6. The application of magnetic structural phase analysis for the diagnostics of the state of a 08Х18Н10Т Steel-CT 3 steel composite material and its components that were subjected to plastic deformation / E. S. Gorkunov, S. M. Zadvorkin, E. A. Putilova, A. M. Povolotskaya, L. S. Goruleva, I. A. Veretennikova, I. S. Kamantsev // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2012. – Vol. 48. – No. 6. – P. 346–356.

7. Gorkunov E. S., Zadvorkin S. M., Putilova E. A. Magnetic estimation of stresses applied to a two-layer steel CT3-steel 08X18H10T composite material during elastoplastic deformation by uniaxial tension // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2012. – Vol. 48, no. 8. – P. 495–504. – DOI: 10.1134/S1061830912080050.
8. Structural transformations in hull material clad by nitrogen stainless steel using various methods / V. V. Sagaradze, N. V. Kataeva, S. Yu. Mushnikova, O. A. Khar'kov, G. Yu. Kalinin, V. D. Yampol'skii // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2014. – Vol. 115, no. 2. – P. 202–210. – DOI: 10.1134/S0031918X1402015X.
9. Mechanical bonding properties and interfacial morphologies of austenitic stainless steel clad plates / Zina Dhib, Noamen Guermazi, Ahmed Ktari, Monique Gasperini, Nader Haddar // *Materials Science and Engineering: A*. – 2017. – Vol. 696. – P. 374–386. – DOI: 10.1016/j.msea.2017.04.080.
10. Cladding of low-carbon steel to austenitic stainless steel by hot-roll bonding: Microstructure and mechanical properties before and after welding / Zina Dhib, Noamen Guermazi, Monique Gasparini, Nader Haddar // *Materials Science and Engineering: A*. – 2016. – Vol. 656. – P. 130–141. – DOI: 10.1016/j.msea.2015.12.088.
11. Yakup Kaya, Nizamettin Kahraman. An investigation into the explosive welding/cladding of Grade A ship steel/AISI 316L austenitic stainless steel // *Materials & Design*. – 2013. – Vol. 52. – P. 367–372. – DOI: 10.1016/j.matdes.2013.05.033.
12. Full-field analysis of AL/FE explosive welded joints for shipbuilding applications / Pasqualino Corigliano, Vincenzo Crupi, Eugenio Guglielmino, Andrea Mariano Sili // *Marine Structures*. – 2018. – Vol. 57. – P. 207–218. – DOI: 10.1016/j.marstruc.2017.10.004.
13. Graham Gedge. Structural uses of stainless steel – buildings and civil engineering // *Journal of Constructional Steel Research*. – 2008. – Vol. 64, no. 11. – P. 1194–1198. – DOI: 10.1016/j.jcsr.2008.05.006.
14. Konovalov D. A., Veretennikova I. A. Study on mechanical properties of a bimetallic composite produced by explosion welding under incremental plastic deformation // *Letters on materials*. – 2018. – Vol. 8, no. 2 (30). – P. 215–219. – DOI: 10.22226/2410-3535-2018-2-215-219.
15. Грудев А. П. Теория прокатки. – М. : Интермет Инжиниринг, 2001. – 280 с.
16. Гуляев А. П. Металловедение. – М. : Металлургия, 1978. – 648 с.
17. Investigation of the structure and properties of the material of various zones of the welded joint of the austenitic nitrogen-containing steel upon elastoplastic deformation / E. S. Gorkunov, E. A. Putilova, S. M. Zadvorkin, A. V. Makarov, N. L. Pecherkina, G. Yu. Kalinin, S. Yu. Mushnikova, O. V. Fomina // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2016. – Vol. 117, no. 11. – P. 1152–1162. – DOI: 10.1134/S0031918X16110065.
18. Effect of composition and temperature on the redistribution of alloying elements in Fe-Cr-Ni alloys during cold deformation / A. I. Deryagin, V. A. Zavalishin, V. V. Sagaradze, A. R. Kuznetsov, N. F. Vil'danova, V. A. Ivchenko, B. M. Efros // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2008. – Vol. 106, no. 3. – P. 291–301. – DOI: 10.1134/S0031918X08090093.
19. Кондорский Е. И. Природа высокой коэрцитивной силы мелкодисперсных ферромагнетиков и теория однодоменной структуры // *Изв. АН СССР, серия «Физическая»*. – 1952. – Т. XVI, № 4. – С. 398–411.
20. Преображенский А. А. Магнитные материалы и элементы: учеб. для вузов. – М. : «Высшая школа», 1976. – 336 с.

Received: 23.10.2018
Revised: 26.11.2018
Accepted: 30.11.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.149-156

MAGNETOTRANSMISSION EFFECT IN MAGNETOSTRICTIVE CoFe_2O_4 FOR THE CASE OF THE VOIGT GEOMETRY

A. V. Telegin^{a)*} and Yu. P. Sukhorukov^{b)}

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, UB RAS,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0001-7209-4307>  telegin@imp.uran.ru;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0002-8874-1019>  sukhorukov@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: telegin@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620137, Russian Federation
Tel.: +7 (343) 378 37 43; fax: +7 (343) 374 52 44

Infrared absorption spectra are obtained for a ferrimagnetic single crystal of ferrite CoFe_2O_4 . It is shown that an external magnetic field applied in the Voigt geometry leads to a noticeable change in the transparency of the single crystal possessing high magnetostriction – the magnetotransmission effect (up to 10 % in a 2 kOe field). The direct correlation between magnetotransmission and magnetostriction in the ferrite was established at room temperature. The anisotropy of the magnetotransmission of natural infrared radiation in CoFe_2O_4 is studied for the first time.

Keywords: magnetostriction, magnetotransmission, strain-magneto-optics, ferrite, straintronics, IR range.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment from FASO Russia (Spin, No. AAAA-A18-118020290104-2, with a partial support from UB RAS (grant No. 18-10-2-3) and the RF Ministry of Education (grant No. 14.Z50.31.0025).

References

1. Bukharaev A.A., Zvezdin A.K., Pyatakov A.P., Fetisov Yu.K. Straintronics: a new trend in micro-, nanoelectronics and material science. *Phys. Usp.*, 2018, vol. 61, iss. 12. DOI: 10.3367/UFNe.2018.01.038279. Available at: <https://ufn.ru/en/articles/2018/12/b/>
2. Roy K. Ultra-low-energy straintronics using multiferroic composites. *Appl. Phys. Lett.*, 2013, vol. 103, pp. 173110-1–173110-5. DOI: 10.1063/1.4826688.
3. Ustinov A.B., Kolkov P.I., Nikitin A.A., Kalinikos B.A., Fetisov Y.K., Srinivasan G. Ferrite-ferroelectric phase shifters controlled by electric and magnetic fields. *Technical Physics*, 2011, vol. 56, no. 6, pp. 821–825. DOI: 10.1134/S1063784211060259.
4. Krupicka, S. *Physics of Ferrites*, Akademie der Wissenschaften, Prag, Czechoslovakia, 1973.
5. Sato-Turtelli R., Kriegisch M., Atif M., Grossinger R. Co-ferrite – A material with interesting magnetic properties. In: *Materials Science and Engineering*: IOP Conf. Series, 2013, vol. 60, pp. 012020. DOI: 10.1088/1757-899X/60/1/012020.
6. Ferre J., Gehring G.A. Linear optical birefringence of magnetic crystals. *Rep. Prog. Phys.*, 1984, vol. 47, pp. 513–611. DOI: 10.1088/0034-4885/47/5/002.
7. Smolenskii G.A., Pisarev R.V., Sinii I.G. Birefringence of light in magnetically ordered crystals. *Physics-Uspekhi*, 1975, vol. 18, pp. 410–429. DOI: 10.1070/PU1975v018n06ABEH001964.

8. Gan'shina E.A., Zenkov A.V., Krinchik G.S., Moskvina A.S., Trifonov A.Yu. Quadratic magneto-optic effects in orthoferrites. *JETP*, 1991, vol. 72, no. 1, pp. 154–159.
9. Sukhorukov Yu.P., Telegin A.V., Bebenin N.G., Nosov A.P., Bessonov V.D., Buchkevich A.A., Patrakov E.I. Magnetotransmission and magnetostriction in ferrimagnetic spinels CoFe_2O_4 . *JETP*, 2018, vol. 126, no. 1, pp. 106–114. DOI: 10.7868/S004445101801011X.
10. Sukhorukov Yu.P., Telegin A.V., Bebenin N.G., Nosov A.P., Bessonov V.D., Buchkevich A.A. Strain-magneto-optics of a magnetostrictive ferrimagnets CoFe_2O_4 . *Solid State Communication*, 2017, vol. 263, pp. 27–30. DOI: 10.1016/j.ssc.2017.07.003.
11. Sukhorukov Yu.P., Bebenin N.G., Telegin A.V., Nosov A.P. Magneto-optical properties of ferro- and ferrimagnetic spinels. *FMM*, 2018, vol. 119, no. 12, pp. 1231–1238. (In Russian).
12. Holinsworth B.S., Mazumdar D., Sims H., Sun Q.-C., Yurtisigi M.K., Sarker S.K., Gupta A., Butler W.H., Musfeldt J.L. Chemical tuning of the optical band gap in spinel ferrites: CoFe_2O_4 vs NiFe_2O_4 . *Appl. Phys. Lett.*, 2013, vol. 103, pp. 082406. DOI: 10.1063/1.4818315.
13. Sukhorukov Yu.P., Telegin A.V., Bebenin N.G., Buchkevich A.A., Nosov A.P., Bessonov V.D. Magnetotransmission in magnetostrictive crystal of CoFe_2O_4 in the Faraday geometry. *JETP letters*, 2018, vol. 108, no. 1, pp. 48–53. DOI: 10.1134/S0021364018130131.
14. Rahman A., Gafur A., Sarker A.R. Impact of cobalt doping on structural, electronic and optical properties of cobalt ferrite prepared by solid-state reaction. *Int. J. Innovative Research in Advanced Engineering*, 2015, vol. 2, no. 1, pp. 99–107. DOI: 10.1016/j.rinp.2017.09.057.
15. Danil'kevich M.I., Litvinovich G.V., Naumenko V.I. IR reflection spectra and optical constants of cobalt ferrite–gallates. *J. of Applied spectroscopy*, 1976, vol. 24, no. 1, pp. 38–43. DOI: 10.1007/BF01100715.
16. Bujakiewicz-Koronska R., Hetmanczyk L., Garbarz-Gios B., Budziak A., Kalvane A., Bor-manis K., Druzicki K. Low temperature measurements by infrared spectroscopy in CoFe_2O_4 ceramic. *Cent. Eur. J. Phys.*, 2012, vol. 10, no. 5, pp. 1137–1143. DOI: 10.2478/s11534-012-0101-4.
17. Bozorth R.M., Tilden E.F., Williams A.J. Anisotropy and magnetostriction of some ferrites. *Phys. Rev.*, 1955, vol. 99, no. 6, pp. 1788–1799. DOI: 10.1103/PhysRev.99.1788.
18. Kambale R.C., Song K.M., Won C.J., Lee K.D., Hur N. Magnetic and magnetostrictive behavior of Dy^{3+} doped CoFe_2O_4 single crystals grown by flux method. *J. Crystal Growth*, 2012, vol. 340, pp. 171–174. DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2011.12.007.

Подана в журнал: 23.10.2018

УДК 535-5, 53.098

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.149-156

МАГНИТОПРОПУСКАНИЕ В МАГНИТОСТРИКЦИОННОМ КРИСТАЛЛЕ CoFe_2O_4 В ГЕОМЕТРИИ ФОХТА

А. В. Телегин^{а)}*, Ю. П. Сухоруков^{а)}

*Институт Физики Металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской
ул. С. Ковалевской 18, Екатеринбург, Российская Федерация*

академии наук,

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-7209-4307>  telegin@imp.uran.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-8874-1019>  sukhorukov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: telegin@imp.uran.ru

Адрес для переписки: 620137, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18, Российская Федерация

Тел.: +7 (343) 378–37–43; факс: +7 (343) 374–52–44

Получены спектры поглощения для ферримагнитного монокристалла феррита CoFe_2O_4 в инфракрасном диапазоне спектра. Показано, что внешнее магнитное поле в фохтовской геометрии эксперимента приводит к заметному изменению прозрачности магнито-стрикционного монокристалла в широкой ИК-спектральной области – эффекту магнито-пропускания света (до ~10 % в поле 2 кЭ). Установлена корреляция между магнитопротеканием и магнито-стрикцией феррита при комнатной температуре. Впервые изучена анизотропия магнитопротекания ИК-излучения в монокристалле CoFe_2O_4 .

Ключевые слова: магнито-стрикция, магнитопротекание, стрейн-магнитооптика, феррит, стрейн-электроника, ИК-диапазон.

1. Введение

Новое актуальное направление в физике конденсированного состояния – стрейн-электроника – связано с направленным использованием механических деформаций для изменения физических свойств материалов. Физические эффекты, на которых она основана, ее преимущества по отношению к традиционной электронике и стоящие перед ней проблемы и фундаментальные ограничения довольно подробно рассмотрены в [1, 2, 3]. Основное внимание в работах по стрейн-электронике уделено магнитным и магнитоэлектрическим свойствам материалов в связи с задачами снижения энергопотребления при совершении компьютерных вычислений, разработке новых элементов памяти и т. п. Одним из самых распространенных магнито-стрикционных материалов является кобальтовый феррит, обладающий практически максимальной магнито-стрикцией среди диэлектрических и полупроводниковых материалов [4, 5]. В то же время хорошо известны магнитооптические эффекты в пьезо- и магнито-стрикционных материалах, но в основном – в поляризованном свете и в видимом диапазоне спектра [6–9]. Совокупность этих эффектов по аналогии можно назвать стрейн-магнитооптикой.

Недавно были опубликованы работы по стрейн-магнитооптике кристаллов кобальтового феррита CoFe_2O_4 в области «окна прозрачности» ($E < 1$ эВ) [10, 11]. Было показано, что в таком непроводящем магнито-стрикционном ферримагнетике существуют большие эффекты магнитоотражения и магнитопротекания (до 35 % в поле ~4 кЭ перпендикулярно плоскости образца) в естественном свете. Важным фактом является то, что эти эффекты наблюдаются в спектральной области, где традиционные магнитооптические эффекты Керра и Фарадея стремятся к нулю [6–12]. Также было подтверждено, что необходимым условием для стрейн-магнитооптики является наличие большой величины магнито-стрикции ИК-прозрачного

CoFe₂O₄. Однако не исследованной осталась корреляция магнитопротекания и магнито-стрикции в зависимости от направления кристаллографических осей кристалла во внешнем магнитном поле, приложенном в плоскости образца (т. е. Фохтовская геометрия эксперимента).

Цель работы – изучение эффекта магнитопротекания естественного света в фохтовской геометрии и обнаружение корреляции магнитоупругих свойств и магнитопротекания в монокристаллах CoFe₂O₄, обладающих большими значениями магнитострикции.

2. Эксперимент

Монокристаллы CoFe₂O₄ ($a_0 = 8,38 \text{ \AA}$) были выращены методом бестигельной зонной плавки с радиационным нагревом. Рентгеновский микроанализ показал, что образцы являются однофазными и по химическому составу соответствуют формульному. Данные по намагниченности и магнитострикции исследуемых образцов приведены в [10, 12]. Исследуемые образцы представляли собой ориентированные пластины с плоскостью (001) площадью $5 \times 5 \text{ мм}^2$ и толщиной $d = 200 \text{ мкм}$. Пропускание неполяризованного (естественного) света образцом измерялось с помощью ИК-призменного спектрометра при нормальном падении света на поверхность образца. Магнитопротекание рассчитывалось как относительное изменение интенсивности протекания (поглощения) света образцом под действием магнитного поля $\Delta t/t = (t_H - t_0)/t_0 \cdot 100 \%$ (где t_H и t_0 – интенсивности прошедшего через образец света в поле и без поля соответственно) в постоянном поле до $H = 5 \text{ кЭ}$, приложенном в плоскости образца.

3. Спектры поглощения и магнитопротекания

Спектры поглощения монокристалла CoFe₂O₄ (рис. 1 а) формируются краем фундаментального поглощения при $E_g = 1,18 \text{ эВ}$ ($\sim 1 \text{ мкм}$) и $T = 295 \text{ К}$ [13] в результате непрямых межзонных переходов из гибридных состояний $d\text{Co} + p\text{O}$ -состояний валентной зоны в точке X зоны Бриллюэна в $d\text{Fe}$ -состояния зоны проводимости в точке Γ . При длине волны $\lambda_1 = 2,6 \text{ мкм}$ ($0,48 \text{ эВ}$) в спектре отчетливо проявляется полоса примесного поглощения (I), положение которой практически не зависит от температуры. Предполагается, что эта полоса связана с вакансиями в анионной подрешетке [14, 15]. Длинноволновая часть спектра поглощения кристалла образуется тонкой структурой из полос (II), центрированных при $\lambda_2 = 6,1 \text{ мкм}$ ($0,2 \text{ эВ}$); $\lambda_3 = 7 \text{ мкм}$ ($0,17 \text{ эВ}$); $\lambda_4 = 8,4 \text{ мкм}$ ($0,14 \text{ эВ}$) и $\lambda_5 = 10 \text{ мкм}$ ($0,12 \text{ эВ}$) с максимумом при $\lambda_6 = 12,5 \text{ мкм}$ ($0,1 \text{ эВ}$). Положение этих полос близко значению полос примесного поглощения для поликристаллического CoFe₂O₄, легированного ионами Zn, Zr, Cd [15]. Рост поглощения при $\lambda > 15 \text{ мкм}$ связан с фононами [2, 16, 17].

Полученный спектр поглощения хорошо согласуется со спектром оптической проводимости, рассчитанным методом Крамерса-Кронинга из спектров отражения монокристалла [10]. Внешнее магнитное поле, приложенное в плоскости образца, приводит к слабому красному сдвигу края поглощения $\Delta\epsilon(H) \approx -2 \text{ мэВ}$ в отличие от синего сдвига $\Delta\epsilon(H) \approx 10 \text{ мэВ}$ для фарадеевской геометрии эксперимента [14]. Различие скорее всего обусловлено перестройкой электронного спектра под действием поля разной геометрии. Кроме того, приложение магнитного поля приводит к незначительному смещению полосы I и уменьшению интенсивности полос II (вставка на рис. 1 а).

Отметим, что в пределах точности измерений не было обнаружено наличие эффекта Фохта (эллиптичности света) в эксперименте в спектральном интервале от 1 до 15 мкм. Следовательно вклад эффекта Фарадея в исследуемой геометрии эксперимента для неполяризованного света практически отсутствует. Таким образом, в монокристалле CoFe₂O₄ обнаружен эффект магнитопоглощения света в ИК-области спектра в фохтовской геометрии эксперимента, связанный с изменением под действием поля интенсивности и положения края поглощения и полос примесных состояний.

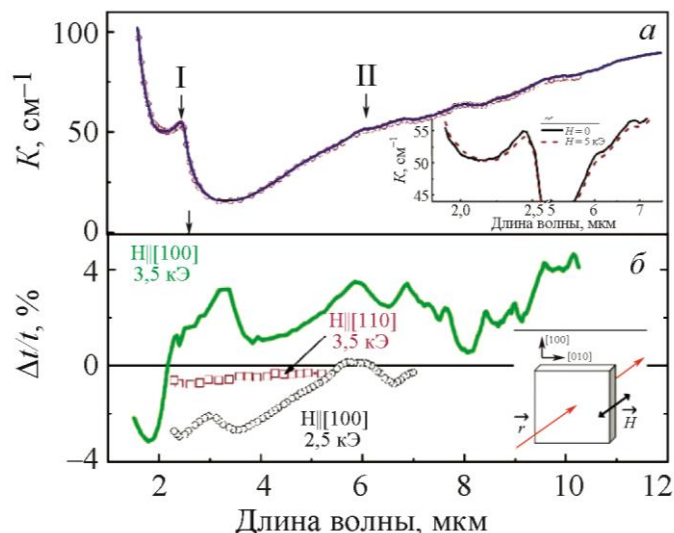


Рис. 1. Спектры монокристалла CoFe_2O_4 : *a* – поглощения при $T = 295$ К без поля (сплошная кривая) и в поле $H = 5$ кЭ (пустые символы). На вставке – увеличенные участки спектра; *б* – магнитопротекания ($\Delta t/t$) света для разной ориентации кристалла в магнитном поле 2,5 и 3,5 кЭ. На вставке – схема ориентации кристалла в магнитном поле

Влияние магнитного поля на оптические свойства феррита более наглядно демонстрируют спектральные и полевые зависимости магнитопротекания света. На рис. 1 *б* представлены спектры магнитопротекания CoFe_2O_4 при $T = 295$ К для разной ориентации кристалла в магнитном поле (поле направлено в плоскости (100)). Спектры $\Delta t/t$ имеют сложную форму с резонансо-подобными особенностями в окрестности края поглощения и примесных полос. Отметим, что чувствительность полос примесного поглощения к магнитному полю указывает на то, что примеси должны занимать низкосимметричные позиции в элементарной ячейке. Природа этих примесных состояний требует отдельного исследования.

Как это уже отмечалось ранее и по аналогии с хромхалькогенидными шпинелями [12] магнитооптический отклик в кристалле феррита формируется несколькими конкурирующими механизмами, которые имеют разную температурную [14] и полевую зависимость. Соответственно вид спектра и величина магнитопротекания сильно зависят, например, от величины внешнего магнитного поля, в котором производилось измерение (рис. 1 *б*). Спектры $\Delta t/t$ в фохтовской геометрии в полях насыщения $H > 3,5$ кЭ также указывают на зависимость магнитопротекания от ориентации поля в плоскости кристалла (рис. 1 *б*). В случае $H||[110]$ при комнатной температуре $\Delta t/t$ не превышает $0,5\% \pm 0,2\%$ во всем измеряемом интервале. При $H||[100]$ величина $\Delta t/t$ составляет менее 4 %, что значительно меньше $\Delta t/t \sim -11\%$ в Фарадеевской геометрии [12, 14] при $H \perp (100)$. Более наглядно анизотропия магнитопротекания и ее связь с магнитоотрицательностью феррита видна из полевых зависимостей.

4. Полевые зависимости магнитопротекания

Полевые зависимости намагниченности кристалла дают величину $M = 82$ Гс·см³/Г и коэрцитивной силы $H_C \sim 80$ Э [12], что близко к литературным данным [18]. Анизотропия магнитоотрицательности для CoFe_2O_4 подробно изучена [4, 18 и др.]. Полевые зависимости магнитоотрицательности исследуемых образцов подобны данным для не отожденных CoFe_2O_4 [19], а величина $(\Delta I/I)_{100}$ превышает известные значения для нестехиометрических и легированных монокристаллов [16–19]. При ориентации магнитного поля вдоль оси [100] кристалла магнитоотрицательность демонстрирует резкий рост в поле $H \sim 2$ кЭ и выходит на насыщение эффекта в полях больше 3 кЭ. Более детально результаты исследования полевых зависимостей намаг-

ниченности и магнитоотрицательности CoFe_2O_4 , а также магнитопротекания в геометрии Фарадея, изложены в [11, 14].

В связи с этим особый интерес при исследовании магнитопротекания (магнитопоглощения) света в магнитоотрицательном кристалле представляет зависимость магнитооптического эффекта от ориентации кристалла в магнитном поле, приложенном в плоскости образца.

Используя известные отношения для зависимости энергии магнитной анизотропии кубического кристалла от направляющих косинусов намагниченности [4], для зависимости коэффициента протекания неполяризованного света от ориентации поля в области насыщения намагниченности при направлении внешнего магнитного поля вдоль осей [100] и [110] можно записать следующее выражение:

$$t = t_{[100]} + 4(t_{[110]} - t_{[100]})\alpha_x^2\alpha_y^2, \quad (1)$$

где $\alpha_{x,y}$ – направляющие косинусы вектора намагниченности.

В этом случае магнитопротекание запишется в виде:

$$\frac{\Delta t}{t} = \frac{[t_{[100]} + 4(t_{[110]} - t_{[100]})\alpha_x^2(H_{ext})\alpha_y^2(H_{ext})] - [t_{[100]} + 4(t_{[110]} - t_{[100]})\alpha_x^2(H = 0)\alpha_y^2(H = 0)]}{[t_{[100]} + 4(t_{[110]} - t_{[100]})\alpha_x^2(H = 0)\alpha_y^2(H = 0)]}. \quad (2)$$

Таким образом, феноменологическое выражение (2) демонстрирует линейную корреляцию между магнитоотрицательностью и $\Delta t/t$, как и в случае магнитоотражения в работе [10]. Справедливость выражения (2) демонстрируют полевые зависимости магнитопротекания.

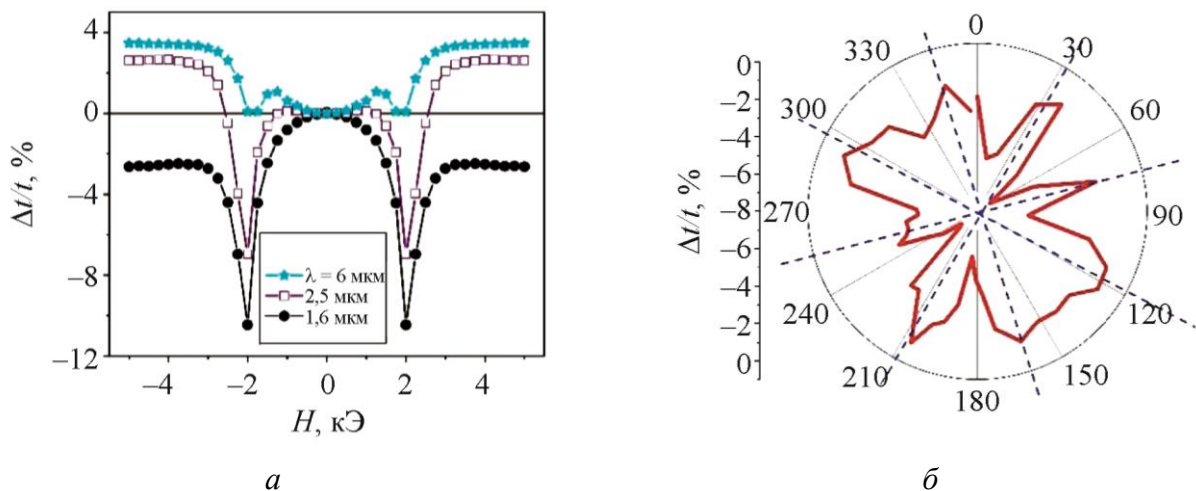


Рис. 2. Полевые зависимости магнитопротекания $\Delta t/t$ света при комнатной температуре: а – для разных длин волн в поле $H \parallel [100]$; б – для $\lambda = 3,4$ мкм при различных направлениях магнитного поля $H = 3,5$ кЭ в плоскости монокристалла CoFe_2O_4

Из полевых зависимостей магнитопротекания следует, что заметный рост магнитопротекания начинается в поле $H \parallel [100] \sim 1,5$ кЭ и достигает насыщения в полях $H > 3,5$ кЭ. Вид полевых зависимостей $\Delta t/t(H)$ подобен соответствующим зависимостям магнитоотрицательности для монокристалла CoFe_2O_4 [18]. Отметим, что исследуемый эффект магнитопротекания является квадратичным, что подтверждает минимальное влияние линейных магнитооптических эффектов.

Необходимо подчеркнуть, что форма полевых зависимостей и величина магнитопротекания сильно зависят от спектрального диапазона исследований, что, возможно, связано с

конкуренцией различных механизмов магнитооптического отклика в феррите (рис. 2 а). В данном случае была выбрана область вблизи примесной полосы ($\lambda \sim 3,4$ мкм) с оптимальным соотношением сигнал/шум и большой величиной магнитопропускания при комнатной температуре. Однако эта область испытывает сильное влияние температурных и полевых сдвигов «хвостов» края поглощения, поэтому представляется целесообразным в дальнейшем провести подобные исследования для разных длин волн с учетом спектра поглощения кристалла при разных температурах.

Зависимость величины магнитопропускания от ориентации магнитного поля в кристалле задается в основном анизотропией вкладов магнитокристаллической и магнитоупругой энергий. Из полевых зависимостей магнитопропускания на рис. 2 б можно выделить 4 симметричных максимума, связанных с наличием четырех осей симметрии третьего порядка в кубическом кристалле, на фоне сильной одноосной анизотропии. Вклады анизотропии формы и ростовой анизотропии кристалла, а также погрешность в ориентации кристалла, приводят к размытию и неточному воспроизведению положения максимумов наблюдаемых угловых зависимостей.

Таким образом, корреляция полевых зависимостей магнитопропускания и магнитострикции позволяет нам сделать вывод о том, что наблюдаемый магнитооптический эффект связан как со сдвигом края поглощения, так и с оптическим откликом на магнитострикцию в феррите. При этом влияние магнитного поля на пропускание (поглощение) света является непрямым [11]: магнитное поле сначала приводит к сильной деформации кристаллической решетки, а та в свою очередь приводит к изменению электронной структуры и, соответственно, спектров пропускания (поглощения) феррита.

5. Заключение

Впервые изучено влияние магнитного поля на спектры поглощения в ИК-области спектра для магнитострикционной монокристаллической ферримангнитной шпинели CoFe_2O_4 в фоxtовской геометрии эксперимента. Обнаружен эффект магнитопропускания неполяризованного света (до 10 %) в широкой ИК-области спектра до 16 мкм, связанный с изменением положения края фундаментального поглощения и полос примесного поглощения. Показана корреляция между магнитопропусканием света и магнитострикцией в феррите. Впервые изучена зависимость магнитопропускания от ориентации кристалла феррита в магнитном поле, которая свидетельствует о наличии преобладающего вклада магнитоупругой анизотропии в магнитооптические свойства кристалла CoFe_2O_4 .

Благодарности

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Спин») № АААА-А18-118020290104-2, при частичной поддержке гранта УрО РАН № 18-10-2-3 и гранта Минобразования РФ № 14.Z50.31.0025.

Литература

1. Straintronics: a new trend in micro- and nanoelectronics and material science / A. A. Bukharaev, A. K. Zvezdin, A. P. Pyatakov, Yu. K. Fetisov // Phys. Usp. – 2018. – Vol. 61, iss. 12. – DOI: 10.3367/UFNe.2018.01.038279. – URL: <https://ufn.ru/en/articles/2018/12/b/>
2. Roy K. Ultra-low-energy straintronics using multiferroic composites // Appl. Phys. Lett. – 2013. – Vol. 103. – P. 173110-1–173110-5. – DOI: 10.1063/1.4826688.
3. Ferrite-ferroelectric phase shifters controlled by electric and magnetic fields / A. B. Ustinov, P. I. Kolkov, A. A. Nikitin, B. A. Kalinikos, Y. K. Fetisov, G. Srinivasan // Technical Physics. – 2011. – Vol. 56, no. 6. – P. 821–825. – DOI: 10.1134/S1063784211060259.

4. Крупичка С. Физика ферритов и родственных им магнитных окислов / пер. с нем. А. Г. Гуревича, А. Ф. Дите, В. А. Козлова, А. С. Пахомова; под ред. И. Г. Нахимсона. – М. : Мир, 1976. – 353 с.
5. Co-ferrite – A material with interesting magnetic properties / R. Sato-Turtelli, M. Kriegisch, M. Atif, R. Grossinger // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. – 2013. – Vol. 60. – P. 012020. – DOI: 10.1088/1757-899X/60/1/012020.
6. Ferre J., Gehring G. A. Linear optical birefringence of magnetic crystals // Rep. Prog. Phys. – 1984. – Vol. 47. – P. 513–611. – DOI: 10.1088/0034-4885/47/5/002.
7. Smolenskii G. A., Pisarev R. V., Sinii I. G. Birefringence of light in magnetically ordered crystals // Physics-Uspekhi. – 1975. – Vol. 18. – P. 410–429. – DOI: 10.1070/PU1975v018n06ABEH001964.
8. Quadratic magnetooptic effects in orthoferrites / E. A. Gan'shina, A. V. Zenkov, G. S. Krinchik, A. S. Moskvina, A. Yu. Trifonov // JETP. – 1991. – Vol. 72, no. 1. – P. 154–159.
9. Magnetotransmission and magnetostriction in ferrimagnetic spinels CoFe_2O_4 / Yu. P. Sukhorukov, A. V. Telegin, N. G. Bebenin, A. P. Nosov, V. D. Bessonov, A. A. Buchkevich, E.I. Patrakov // JETP. – 2018. – Vol. 126, no. 1. – P. 106–114. – DOI: 10.7868/S004445101801011X.
10. Strain-magneto-optics of a magnetostrictive ferrimagnets CoFe_2O_4 / Yu. P. Sukhorukov, A. V. Telegin, N. G. Bebenin, A. P. Nosov, V. D. Bessonov, A. A. Buchkevich // Solid State Communication. – 2017. – Vol. 263. – P. 27–30. – DOI: 10.1016/j.ssc.2017.07.003.
11. Магнитооптические свойства ферро- и ферримангнитных шпинелей / Ю. П. Сухоруков, Н. Г. Бебенин, А. В. Телегин, А. П. Носов // ФММ. – 2018. – Т. 119, № 12 – С. 1231–1238.
12. Chemical tuning of the optical band gap in spinel ferrites: CoFe_2O_4 vs NiFe_2O_4 / B. S. Holinsworth, D. Mazumdar, H. Sims, Q.-C. Sun, M. K. Yurtisigi, S. K. Sarker, A. Gupta, W. H. Butler, J. L. Musfeldt // Appl. Phys. Lett. – 2013. – Vol. 103. – P. 082406. – DOI: 10.1063/1.4818315.
13. Magnetotransmission in magnetostrictive crystal of CoFe_2O_4 in the Faraday geometry / Yu. P. Sukhorukov, A. V. Telegin, N. G. Bebenin, A. A. Buchkevich, A. P. Nosov, V. D. Bessonov // JETP letters. – 2018. – Vol. 108, no. 1. – P. 48–53. – DOI: 10.1134/S0021364018130131.
14. Rahman A., Gafur A., Sarker A. R. Impact of doping on structural, electronic and optical properties of cobalt ferrite prepared by solid-state reaction // Int. J. Innovative Research in Advanced Engineering. – 2015. – Vol. 2, no. 1. – P. 99–107. – DOI: 10.1016/j.rinp.2017.09.057.
15. Danil'kevich M. I., Litvinovich G. V., Naumenko V. I. IR reflection spectra and optical constants of cobalt ferrite – gallates // J. of Applied Spectroscopy. – 1976. – Vol. 24, no. 1. – P. 38–43. – DOI: 10.1007/BF01100715.
16. Low temperature measurements by infrared spectroscopy in CoFe_2O_4 ceramic / R. Bujakiewicz-Koronska, L. Hetmanczyk, B. Garbarz-Gios, A. Budziak, A. Kalvane, K. Bormanis, K. Druzbecki // Cent. Eur. J. Phys. – 2012. – Vol. 10, no. 5. – P. 1137–1143. – DOI: 10.2478/s11534-012-0101-4.
17. Bozorth R. M., Tilden E. F., Williams A. J. Anisotropy and magnetostriction of some ferrites // Phys. Rev. – 1955. – Vol. 99, no. 6. – P. 1788–1799. – DOI: 10.1103/PhysRev.99.1788.
18. Magnetic and magnetostrictive behavior of Dy^{3+} doped CoFe_2O_4 single crystals grown by flux method / R. C. Kambale, K. M. Song, C. J. Won, K. D. Lee, N. Hur // J. Crystal Growth. – 2012. – Vol. 340. – P. 171–174. – DOI: 10.1016/j.jcrysgro.2011.12.007.

Received: 26.09.2018
Revised: 25.10.2018
Accepted: 02.11.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.157-164

SEPARATION OF A SOLID SOLUTION OF A Fe-Ni INVAR ALLOY WITH DIFFERENT TYPES OF POINT DEFECT SINKS UNDER ELECTRON IRRADIATION

S. E. Danilov^{a)} and V. L. Arbuzov^{b)}

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620990, Russian Federation*

a)  <https://orcid.org/0000-0001-9815-8196>  danilov@imp.uran.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0003-0334-7459>  arbuzov@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: danilov@imp.uran.ru
Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620990, Russian Federation
Tel.: +7 343 378 38 50

Solid solution separation is studied for electron irradiation of a Fe-Ni alloy with different types of sinks of point defects in the form of dislocations and deformation-induced vacancy clusters. It is shown that the efficiency of deformation-induced dislocation sinks exceeds that of deformation-induced vacancy clusters. In isochronous annealing, two sub-stages of dissociation of vacancy clusters with dissociation energies of 1.2 and 1.5 eV are observed, which are independent of the method of creating vacancy clusters – deformation or electron irradiation.

Keywords: irradiation, electrons, Fe-Ni Invar, deformation, sinks of point defects, solid solution separation.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment on the subject of Spin, No. AAAA-A18-118020290104-2.

References

1. Dimitrov C., Dimitrov O. Composition dependence of defect properties in electron-irradiated Fe-Cr-Ni solid solutions. *Journal of Physics F: Metal Physics*, vol. 14, no. 4, pp. 793–811. DOI: 10.1088/0305-4608/14/4/005.
2. Mantl S., Sharma B.D., Antesberger G. Positron annihilation studies on electron- and α -particle- irradiated 75Ni13Cr12Fe alloys. *Phil. Mag. A*, 1979, vol. 39, no. 4, pp. 389–397. DOI: 10.1080/01418617908239279.
3. Aliev S.S., Gruzin P.L., Menshikov A.Z., Mogutnov B.M., Rodionov Yu.L., Shaposhnikov N.G. Low-temperature phase transformations in iron-nickel alloys under electron irradiation. *Metallophysika*, 1985, vol. 7, no. 5, pp. 80–86.
4. Chamberod A., Laugier J., Penisson J.M. Electron irradiation effects on iron–nickel invar alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1979, vol. 10, pp. 139–144. DOI: 10.1016/0304-8853(79)90165-3.
5. Arbuzov V.L., Druzhkov A.P., Danilov S.E. Effect of phosphorous on defects accumulation and annealing in electron-irradiated Fe-Ni austenitic alloys. *J. Nucl. Mater.*, 2001, vol. 295, iss. 2–3, pp. 273–280. DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.

6. Danilov S.E., Arbuzov V.L., Pecherkina N.L., Sagaradze V.V. Separation of radiation defects in deformed nickel. *The Physics of Metals and Metallography*, 2015, vol. 116, no. 7, pp. 711–717. DOI: 10.1134/S0031918X15070042.
7. Druzhkov A.P., Arbuzov V.L., Perminov D.A. Accumulation and Annealing of Radiation Defects in Deformed Austenitic Alloys. *The Physics of Metals and Metallography*, 2002, vol. 94, no. 1, pp. 68–72.
8. Arbuzov V.L., Danilov S.E., Druzhkov A.P., Perminov D.A. The Influence of Plastic Deformation and Radiation Defects on the Structural and Phase Transformations of N36 and N36T2 Austenitic Alloys. *The Physics of Metals and Metallography*, 2004, vol. 98, no. 5, pp. 500–505.
9. Kubaschewski O. *Iron-Binary Phase Diagrams*, Springer-Verlag, Berlin, 1982, 185 p.

Подана в журнал: 26.09.2018
УДК 539.12.04:621.78: 669.15.24
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.157-164

РАССЛОЕНИЕ ТВЕРДОГО РАСТВОРА ИНВАРНОГО СПЛАВА Fe-Ni С РАЗНЫМИ ТИПАМИ СТОКОВ ТОЧЕЧНЫХ ДЕФЕКТОВ ПРИ ЭЛЕКТРОННОМ ОБЛУЧЕНИИ

С. Е. Данилов^{а)}, В. Л. Арбузов^{б)}

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-9815-8196>  danilov@imp.uran.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0003-0334-7459>  arbuzov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. E-mail: danilov@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 378–38–50

Исследовано расслоение твердого раствора при электронном облучении в Fe-Ni-сплаве с разными типами стоков для точечных дефектов в виде дислокаций и деформационных вакансионных кластеров. Показано, что эффективность деформационных дислокационных стоков больше, чем эффективность деформационных вакансионных кластеров. При изохронных отжигах наблюдается две подстадии диссоциации вакансионных кластеров с энергиями диссоциации 1,2 и 1,5 эВ, которые не зависят от способа создания вакансионных кластеров: деформацией или облучением электронами.

Ключевые слова: облучение, электроны, Fe-Ni инвар, деформация, стоки точечных дефектов, расслоение твердого раствора.

1. Введение

В сталях и сплавах в отличие от чистых металлов под действием облучения развиваются различные радиационно-индуцированные структурно-фазовые превращения (СФП), которые собственно и определяют изменения свойств материалов в процессе облучения и во многом определяют их радиационную повреждаемость. Эти процессы непосредственно связаны со свободной миграцией точечных дефектов, генерируемых облучением. При электронном облучении генерируются только свободно мигрирующие дефекты, которые при своей миграции образуют вакансионные кластеры. Диффузионная длина мигрирующих радиационных дефектов, определяющая эффективность облучения в осуществлении СФП, зависит от типа и концентрации стоков точечных дефектов, которыми могут служить дислокации, вакансионные кластеры, образованные на этапе приготовления, межфазные границы.

В широко используемых аустенитных хромоникелевых сталях при облучении может происходить расслоение твердого раствора [1, 2]. Эксперименты на модельных железоникелевых сплавах показали, что при облучении происходит расслоение на две фазы различного состава – FeNi и Fe₃Ni – и при дальнейшем облучении наблюдается упорядочение в этих фазах с образованием соединений [3, 4]. При таком расслоении прослеживается сильный рост электросопротивления, который может быть использован в качестве индикатора происходящего расслоения [5].

Целью данной работы является выяснение влияния различных типов стоков на процесс расслоения твердого раствора при электронном облучении модельного сплава Fe-Ni.

2. Методика

Исследования были проведены на сплаве Fe-34,7 ат.%Ni, содержащем около 0,01 ат.% углерода, закаленном от 1323 К (3). Из этого сплава пластической деформацией ($\varepsilon = 40\%$) был получен сплав с высокой концентрацией дислокационных стоков и вакансионных кластеров (Д) и путем отжига при 573 К после деформации – сплав, содержащий только дислокационные стоки (ДО).

Облучения 5 МэВ электронами были проведены при температуре 320 К. Образцы отжигали изохронно со средней скоростью нагрева 1 К/мин.

В данной работе использовалось измерение остаточного электросопротивления, чувствительного к искажениям решетки не только около дефектов, но и к изменениям порядка во взаимном расположении атомов компонентов сплава в решетке. Остаточное электросопротивление измеряли стандартным четырехзондовым потенциометрическим методом с чувствительностью на уровне 0.01 нОм·см и точностью не хуже 0.05%.

3. Результаты и обсуждение

При температуре облучения 320 К, выбранной в данной работе, вакансии в рассматриваемых сплавах подвижны и обеспечивают при своей миграции процессы расслоения [5]. При этом они аннигилируют на стоках, взаимодействуя друг с другом, образуют вакансионные кластеры (ВК) и участвуют в рекомбинации с межузельными атомами.

На рис. 1 приведены результаты облучения электронами. Видно, что деформация приводит к ослаблению процессов расслоения примерно в 5 раз для сплава Д и в 4 раза для сплава ДО по сравнению со сплавом 3, в котором концентрация стоков минимальна. С увеличением дозы облучения эти коэффициенты практически не меняются, что говорит о неизменном влиянии дислокационных стоков. Влияние созданных при деформации вакансионных кластеров незначительно.

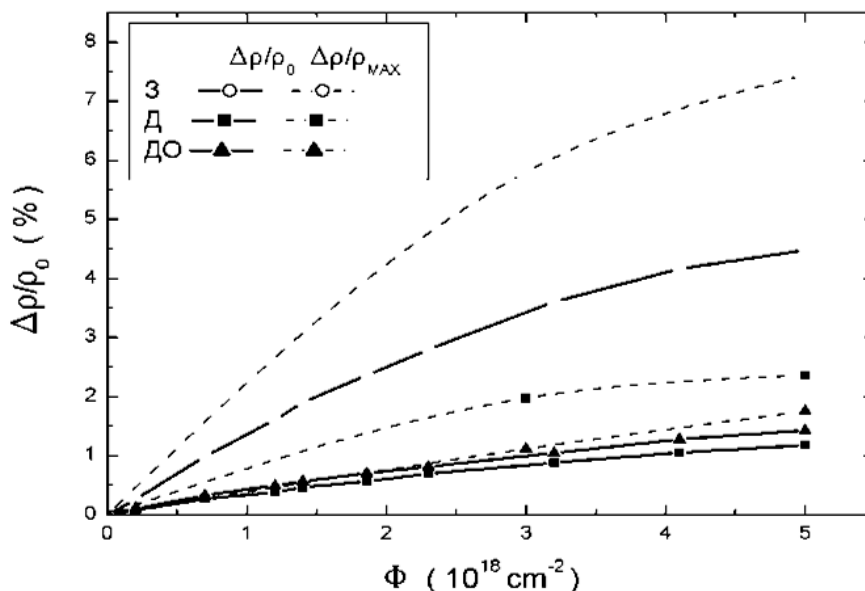


Рис. 1. Относительный прирост электросопротивления сплавов при облучении электронами при 320 К. Пунктиром показаны максимальные значения прироста, достигаемые при изохронном отжиге в районе 700 К

Можно оценить среднюю эффективность стоков по осуществлению процессов расслоения. Для дислокаций эффективность $k_d^2 = Z \rho_d$, где Z – коэффициент, учитывающий раз-

личие для разных типов точечных дефектов (принимая равным 1); ρ_d – плотность дислокаций принимаем равной $5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ [6]. Получаем $k_d^2 = 5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Для деформационных ВК эффективность $k_V^2 = 4\pi r_V N_V$, где r_V – радиус ВК, а N_V – концентрация ВК этого типа. Таким образом, в сплаве Д, где существуют как дислокации, так и ВК, суммарная эффективность действия стоков равна $k_d^2 + k_V^2$, а для сплава ДО – только k_d^2 . Таким образом, считая, что эффективность влияния стоков пропорциональна диффузионной длине свободного пробега вакансий и что скорость рекомбинации приблизительно одинакова, из соотношения эффективностей влияния стоков в этих сплавах при облучении (см. выше) получаем эффективность ВК $k_V^2 = 10^{10} \text{ см}^{-2}$. Такая эффективность деформационных вакансионных кластеров соответствует концентрации ВК. Естественно, что в процессе облучения, в результате миграции свободных вакансий и их встречи друг с другом также образуются ВК. Но, например, в сплаве ДО образуется в несколько раз меньше ВК, чем в сплаве З [7].

С целью выяснения различия в дефектной структуре, образующейся при облучении, в сплавах различного типа проводились изохронные отжиги облученных и необлученных сталей.

Изохронные отжиги необлученных сплавов были проведены для выяснения особенностей дефектной структуры и структурно-фазовых изменений при участии деформационных ВК. Полученные результаты по изменениям сопротивления изображены на рис. 2, в нижней части графика – дифференцированные зависимости.

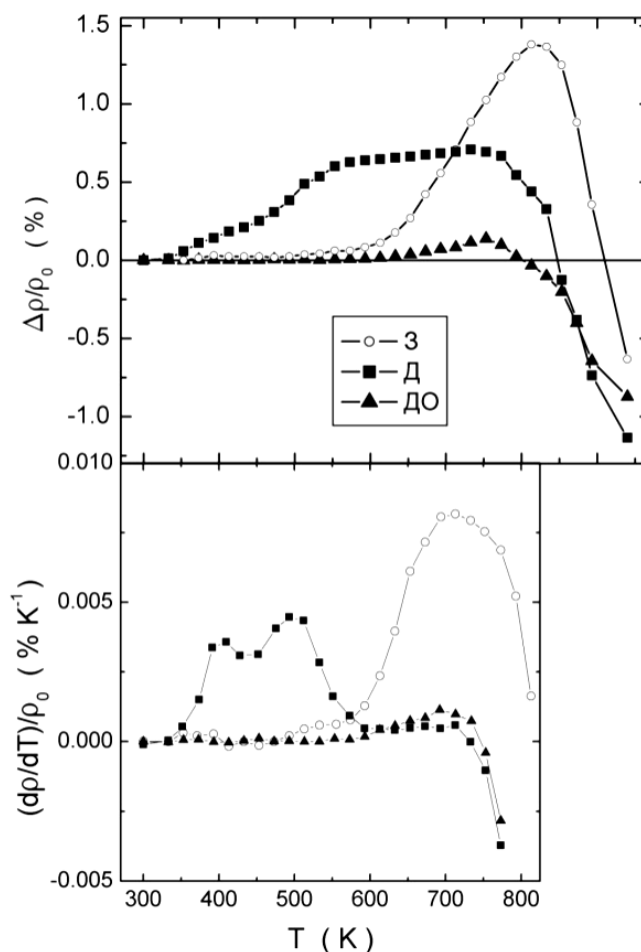


Рис. 2. Результаты изохронного отжига необлученных сталей. Нижний график – дифференцированные кривые

Как и предполагалось, диссоциация деформационных ВК приводит к росту электро-сопротивления начиная с 400 К в сплаве Д. Из дифференцированной кривой видно, что пик этого процесса наблюдается около 500 К. В сплаве ДО, где для устранения деформационных ВК был проведен отжиг при 573 К, а также в сплаве З, как и следовало ожидать, ничего не происходит до температур 750...780 К, когда в соответствии с полученными нами в работе [8] данными начинается отжиг дислокационной структуры в этом сплаве. В закаленном сплаве З сопротивление не меняется до 680 К, когда усиление термической диффузии обуславливает процессы гомогенизации либо образование фазы α -Fe и последующее ее растворение [4, 9].

На рис. 3 показаны результаты изохронного отжига для облученных электронами сплавов. В нижней части рисунка приведены дифференцированные зависимости.

Из этого рисунка видно, что отжиг после облучения приводит к дальнейшему росту электросопротивления начиная с 350 К во всех трех сплавах с максимумом роста около 480 К, причем этот рост наиболее значителен в закаленном сплаве. В сплаве Д рост больше, чем в сплаве ДО. Эти особенности подтверждают, что в этом интервале температур происходит диссоциация вакансионных кластеров. В сплаве ДО происходит только диссоциация ВК, образовавшихся при облучении, а в сплаве Д к этому добавляется диссоциация ВК, созданных деформацией. Однако действие освобождающихся вакансий на расслоение твердого раствора в сплавах Д и ДО происходит на фоне высокой концентрации дислокационных стоков, что ограничивает путь миграции вакансий. Существенно больший эффект наблюдается в сплаве З, где концентрация дислокаций существенно ниже, и путь миграции вакансий существенно больше.

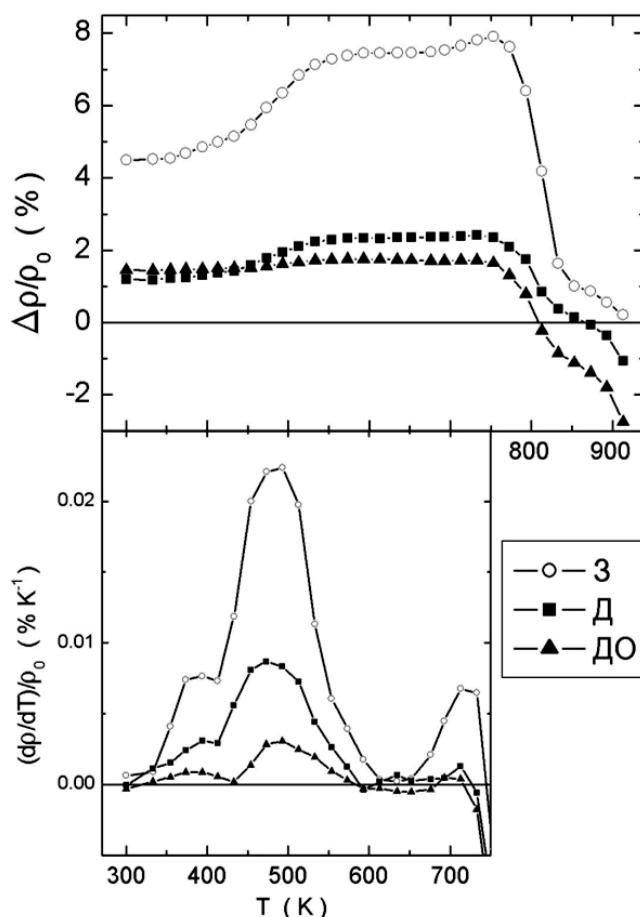


Рис. 3. Результаты изохронного отжига облученных электронами сталей.

В нижней части рисунка – дифференцированные кривые

По величине прироста электросопротивления на этом этапе, сравнивая с данными, приведенными на рис. 3, можно оценить количество вакансий, освобождающихся при диссоциации в сплаве Д и ДО. Такое сравнение дает, что количество освобождающихся при диссоциации вакансий в облученном сплаве Д примерно в 4 раза больше, чем в облученном сплаве ДО, и при этом в 2 раза больше количества вакансий, освобождающихся при диссоциации в необлученном сплаве Д. Из этого следует, что накопление вакансий при облучении в сплаве Д больше примерно в 2 раза, чем в сплаве ДО. Следовательно, деформационные ВК в процессе облучения работают как внутренние стоки, и на них происходит накопление генерированных облучением вакансий.

Из дифференцированных кривых на рис. 4 видно, что кроме основного пика в районе 480 К есть небольшой пик при 380 К, который присутствует также и при отжиге необлученного сплава Д. Таким образом, структура ВК не зависит от способа их создания и наличия стоков. Можно оценить энергии диссоциации ВК, соответствующие этим пикам. Она составляет 1,2 эВ для пика при 380 К и 1,5 эВ для пика при 480 К.

На облученном сплаве З, так же как и в необлученном, присутствует пик при 700 К, и его величина примерно та же. Следовательно, он не связан с облучением и определяется, как и говорилось раньше, термической диффузией и фазовой диаграммой.

На рис. 1 показаны дозовые зависимости максимальных значений прироста электросопротивления в процессе изохронных отжигов (пунктир). С увеличением дозы облучения электронами максимальное значение для всех трех сплавов увеличивается, причем величина $\Delta\rho_{\text{MAX}} - \Delta\rho_0$ также увеличивается, что указывает на то, что число сохранившихся при облучении вакансий в виде ВК увеличивается. Необходимо отметить, что ослабление суммарного (при облучении и при отжиге) эффекта в сплавах Д и ДО относительно З составляет 3,5 и 4,7 соответственно. Это отвечает механизму диссоциации при отжиге облученных электронами сплавов, описанному выше.

4. Выводы

Из полученных результатов следует, что в процессе электронного облучения дислокации и деформационные вакансионные кластеры работают как стоки для радиационных дефектов, причем эффективность дислокационных стоков больше.

При изохронных отжигах облученных и деформированных сплавов наблюдается две подстадии диссоциации вакансионных кластеров с энергиями диссоциации 1,2 и 1,5 эВ. Эти энергии не зависят от способа создания вакансионных кластеров (деформацией или облучением электронами).

Эффективность свободно мигрирующих вакансий в осуществлении процессов расслоения как при облучении так и при диссоциации ВК в процессе отжига ослабляется в 4 раза при наличии стоков в виде деформационных дислокаций.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Спин» №АААА-А18-118020290104-2.

Литература

1. Dimitrov C., Dimitrov O. Composition dependence of defect properties in electron-irradiated Fe-Cr-Ni solid solutions // Journal of Physics F: Metal Physics. – Vol. 14, no. 4. – P. 793–811. – DOI: 10.1088/0305-4608/14/4/005.
2. Mantl S., Sharma B. D., Antesberger G. Positron annihilation studies on electron- and α -particle-irradiated 75Ni13Cr12Fe alloys // Phil. Mag. A. – 1979. – Vol. 39, no. 4. – P. 389–397. – DOI: 10.1080/01418617908239279.

3. Low-temperature phase transformations in iron-nickel alloys under electron irradiation / S. S. Aliev, P. L. Gruzin, A. Z. Menshikov, B. M. Mogutnov, Yu. L. Rodionov, N. G. Shaposhnikov // *Metallophysika*. – 1985. – Vol. 7, no. 5. – P. 80–86.
4. Chamberod A., Laugier J., Penisson J. M. Electron irradiation effects on iron–nickel invar alloys // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1979. – Vol. 10. – P. 139–144. – DOI: 10.1016/0304-8853(79)90165-3.
5. Arbuzov V. L., Druzhkov A. P., Danilov S. E. Effect of phosphorous on defects accumulation and annealing in electron-irradiated Fe-Ni austenitic alloys // *J. Nucl. Mater.* – 2001. – Vol. 295, iss. 2–3. – P. 273–280. – DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.
6. Separation of radiation defects in deformed nickel / S. E. Danilov, V. L. Arbuzov, N. L. Pecherikina, V. V. Sagaradze // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2015. – Vol. 116, no. 7. – P. 711–717. – DOI: 10.1134/S0031918X15070042.
7. Druzhkov A. P., Arbuzov V. L., Perminov D. A. Accumulation and Annealing of Radiation Defects in Deformed Austenitic Alloys // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2002. – Vol. 94, no. 1. – P. 68–72.
8. The Influence of Plastic Deformation and Radiation Defects on the Structural and Phase Transformations of N36 and N36T2 Austenitic Alloys / V. L. Arbuzov, S. E. Danilov, A. P. Druzhkov, D. A. Perminov // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2004. – Vol. 98, no. 5. – P. 500–505.
9. Кубашевски О. Диаграммы состояния двойных систем на основе железа : справочник / пер. с англ. – М. : «Металлургия», 1985. – 183 с.

Received: 10.11.2018
Revised: 28.11.2018
Accepted: 30.11.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.165-172

EFFICIENCY OF LOCAL DEFORMATION EFFECTS ON THE MAGNETIC STRUCTURE OF CORE ELEMENTS

V. I. Pudov^{a)}, Yu. N. Dragoshanskii^{b)}, and A. S. Doroshek

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0003-3143-7195>  pudov@imp.uran.ru;
^{b)}  <https://orcid.org/0000-0002-6401-4300>  drago@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: pudov@imp.uran.ru
Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620990, Russian Federation
Tel.: +7 343 378 36 94

Prospects for optimizing the domain structure and reducing specific magnetic losses in Fe-Si (110) – elements of multilayer laminated transformer magnetic cores – are considered. The formation of local deformation zones by mechanical scribing decreases the domain size and the eddy-current component of magnetic losses; it directs the magnetic flux in the linear and angular portions of the magnetic cores along the easy axes. The established optimal processing conditions and the subsequent annealing in a magnetic field reduce specific magnetic losses in the magnetic cores by 10–12 %.

Keywords: transformer steels, stacked core, structure, domains, scribing, thermomagnetic treatment, core losses.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment on the subjects of Magnet (No. AAAA-A18-118020290129-5) and Diagnostics (No. AAAA-A18-118020690196-3) and supported by UB RAS project No. 18-10-2-8.

References

1. Nakamura M., Hirose K., Iuchi T., Yamaguchi S., Ichiyama T., Ohya Y. Characteristics of laser irradiated grain oriented silicon. *IEEE Trans. Magn.*, 1982, vol. 18, no. 6, pp. 1508–1510. DOI: 10.1109/TMAG.1982.1062057.
2. Sato K., Ishida M., Hina E. Heat-proof domain-refined grain-oriented electrical steel. *Kawasaki Steel Technical Report*, 1998, no. 39, pp. 21–28.
3. Dragoshanskii Yu.N., Pudov V.I., Karenina L.S. Optimizing the domains and reducing the magnetic losses of electrical steel via active coating and laser treatment. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2013, vol. 77, no. 10, pp. 1286–1288. DOI: 10.7868/S0367676513100104.
4. Dragoshanskii Yu.N., Pudov V.I., Reutov Yu.J., Doroshek A.S. Perspective of laser-mechanic method used for improvement of physic properties of transformer steel. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2017, iss. 6, pp. 48–56. DOI: 10.17804/2410-9908.2017.6.048-056.
5. Dragoshanskii Yu.N., Pudov V.I. An apparatus for optical monitoring of the surfaces of solids. *RF Patent 174673*, 2017. (In Russian).
6. Bagaev K.I. Estimation of the induction effect on the losses in the magnetic circuit of a transformer in the case of different systems of laminating of the magnetic circuit. *Polzunovskiy Vestnik*, 2013, no. 4–2, pp. 4–11. (In Russian).

7. Kobylin V.P., Davydov G.I., Afans'ev D.E., Li-Fir-Su Z.P., Sedalishchev U.A., Vasil'yev P.F. An Analysis of Factors Causing a Growth of No-Load Power Losses in Power Transformers with Cores Made of Anisotropic Steel. *Elektrichestvo*, 2015, iss. 3, pp. 13–18. (In Russian).
8. Gorkunov E.S., Dragoshanskii Yu.N., Solomein M.N., Barkhatov V.A., Zadvorkin S.M. Investigation of the effects of crystallographic anisotropy and the domain structure of ferromagnets on the parameters of double electromagnetic-acoustic transformationю *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2005, vol. 41, no. 4, pp. 207–217. DOI: 10.1007/s11181-005-0152-3.
9. Pudov V.I., Dragoshanskii Yu.N. Promising applications of amorphous-crystalline coatings for soft magnetic alloys. *Strengthening Technologies and Coatings*, 2013, iss. 8, pp. 44–48. (In Russian).
10. Pudov V.I., Dragoshanskii Yu.N. Domain structure and magnetic losses in laminated magnetic circuits upon laser treatment. *The Physics of Metals and Metallography*, 2015, vol. 116, no. 6, pp. 538–543. DOI: 10.1134/S0031918X15060083.
11. Pudov V.I., Dragoshanskii Yu.N. A method for processing of the laminated core of a core-type transformer. *RF patent 2565239*, 2015. (In Russian).
12. Pudov V.I., Dragoshanskii Yu.N. Magnetic Domain Structure and Thermal Stabilization of Laser Treatment Zones in Soft Magnetic Materials. *Physics of the Solid State*, 2016, vol. 58, no. 2, pp. 258–265. DOI: 10.1134/S1063783416020232. (In Russian).

Подана в журнал: 10.11.2018

УДК 621.758;537.622

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.165-172

ЭФФЕКТИВНОСТЬ ЛОКАЛЬНЫХ ДЕФОРМАЦИОННЫХ ВОЗДЕЙСТВИЙ НА МАГНИТНУЮ СТРУКТУРУ ЭЛЕМЕНТОВ МАГНИТОПРОВОДА

В. И. Пудов^{а)}, Ю. Н. Драгошанский^{б)}, А. С. Дорошек

*Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения РАН,
18, С. Ковалевской, 620108, г. Екатеринбург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0003-3143-7195>  pudov@imp.uran.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-6401-4300>  drago@imp.uran.ru

*Ответственный автор. E-mail: pudov@imp.uran.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 378–36–94

Рассмотрены перспективы оптимизации доменной структуры и снижения удельных магнитных потерь в Fe-Si (110) – элементах многослойных шихтованных трансформаторных магнитопроводов. Формирование зон локальной деформации путем механического скрайбирования уменьшает размеры доменов, вихретоковую составляющую магнитных потерь и направляет магнитный поток в линейных и угловых участках магнитопровода вдоль направлений легкого намагничивания. Установленный оптимальный режим обработки и последующий отжиг в магнитном поле обеспечивают снижение удельных магнитных потерь в магнитопроводах на 10–12 %.

Ключевые слова: трансформаторная сталь, магнитопровод, структура, домены, скрайбирование, термомагнитная обработка, магнитные потери.

1. Введение

Разработка современных технологий обработки анизотропных электротехнических сталей (АЭС) на разных этапах их производства является одной из важнейших задач материаловедения. АЭС – это сплав железа с кремнием в виде тонких (0,2–0,6 мм) лент. Высокая индукция и низкая себестоимость выделили АЭС в качестве основного материала для изготовления трансформаторных магнитопроводов и других электротехнических устройств.

При производстве в лентах АЭС формируется острая кристаллографическая и магнитная текстуры. Это приводит к формированию крупных кристаллитов размером до 50 мм, широких 180° магнитных доменов, в результате возрастают вихретоковые магнитные потери до 70 %.

Однако при изготовлении трансформаторных магнитопроводов магнитные свойства, приобретаемые в рулонной стали, существенно снижаются. Магнитные потери могут значительно возрастать. Отсутствие широких исследований по выявлению оптимальных условий формирования магнитной структуры и свойств в участках с различной кристаллографической ориентацией элементов магнитопровода снижают возможности для эффективного решения этой проблемы.

В перспективе улучшить физические свойства в лентах АЭС и изделиях можно только при реализации современных комплексных способов воздействия на их кристаллическую и магнитную структуру, обеспечивающих существенное превышение суммарного результата, достигаемого на отдельных этапах их обработки. В частности, улучшения можно достигнуть в результате воздействия на П-образные элементы стержневого магнитопровода [1–4] меха-

нического или лазерного скрайбирования, нанесения магнитоактивного (растягивающего металл) электроизоляционного покрытия и термомагнитной обработки.

Цель работы – определение эффективности влияния комплексного метода механического скрайбирования и термомагнитной обработки многослойных трансформаторных магнитопроводов.

2. Материалы и методика эксперимента

Для исследований использовали пластинчатые изделия, полученные промышленным штампованием элементов для магнитопроводов однофазных стержневых трансформаторов малой мощности (~14 VA) типа Пн. Магнитопровод собирали из отдельных пластинчатых ярем и стержневых П-образной формы элементов внахлест. Для рабочих элементов магнитопровода использовалась тонколистовая электротехническая сталь (сплав Fe-3 % Si с ребровой кристаллографической текстурой (110) [001]) марки 3407 [ГОСТ 21427.1–83]. Марка этой стали означает: сталь холоднокатаная анизотропная (3), содержание кремния 3 % в железе (4) и сравнительно высокий нормированный уровень магнитных характеристик (07), например индукции (Тл) и удельных потерь энергии на перемагничивание (Вт/кг) при заданной толщине ленты (мм).

Механическое скрайбирование поверхности элементов с одноосной магнитной анизотропией проводили резцом с нанесением канавок глубиной 0,03–0,05 мм в виде узких (0,2 мм) зон поперек оси текстуры с промежутками 3–4 мм, между зонами скрайбирующего воздействия, меньшими размерами зерен (рис. 1).

Магнитную доменную структуру изучали методом порошковых суспензий. Оптическая установка позволяла наблюдать домены на одном и том же участке образца с двух противоположных его поверхностей одновременно [5].

Магнитные потери $P_{В/г}$ – при индукции В (Тл) и частоте перемагничивания f (Гц), а также индукции B_{100} и B_{800} (в магнитных полях 100 и 800 А/м) измеряли на магнитоизмерительной установке МК-4Э, изготовленной ЗАО «НПО Интротест». Относительная погрешность измерений при доверительной вероятности 0,95 не превышала для индукции ± 2 %, для удельных магнитных потерь ± 4 %.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Как показывают исследования, в пластинчатых элементах вблизи зоны скрайбирующего воздействия возникают области пластической деформации (рис. 1).

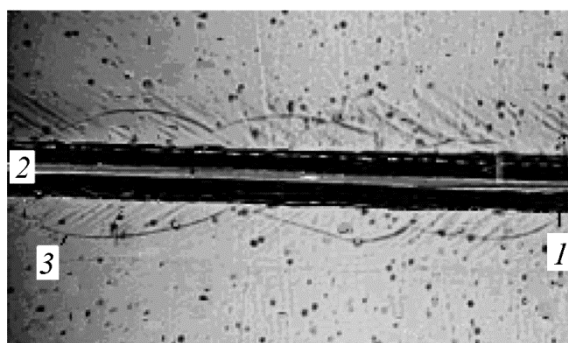


Рис. 1. Боковые напряженные участки (1) полосы механического скрайбирования (2), цепочки новых зерен (3) в исходном зерне стали, возникшие в зоне элемента магнитопровода $\times 50$

Такого рода деформация формирует сжимающие напряжения в зонах и перпендикулярные этим зонам – растягивающие напряжения. В результате обрабатываемая поверх-

ность оказывается вогнутой. Это связано с тем, что на данной поверхности ленты чередуются сжимающие и растягивающие напряжения, а на противоположной стороне ленты присутствуют только растягивающие напряжения. Таким образом, формирование данного изгиба может приводить к существенному росту магнитных потерь при сборке магнитопроводов. Поэтому необходимо на заключительной стадии проводить термическую или термомагнитную обработку.

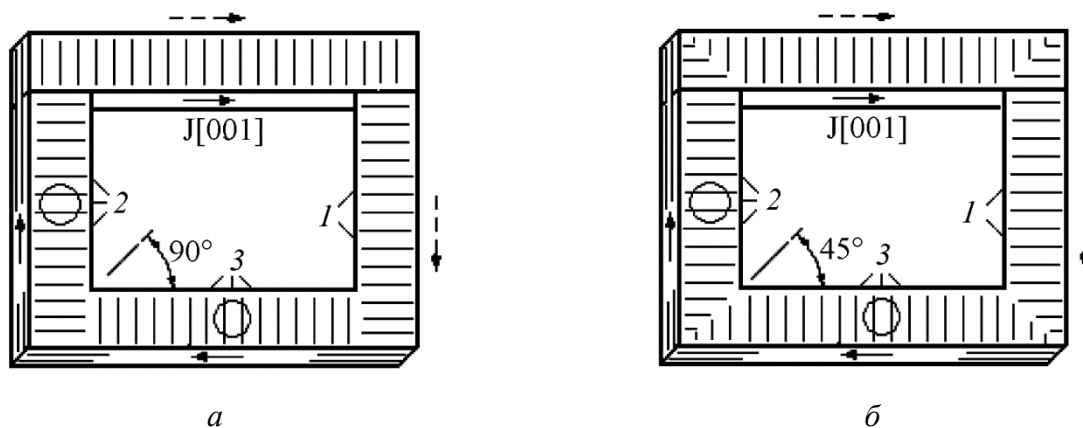


Рис. 2. Неоптимальная (а) и оптимальная (б) схемы скрайбирования ярем и стержневых П-образных элементов шихтованного магнитопровода: → – направление прокатки [001] стали; 1 – деформационные зоны; 2 – участки элемента с ориентацией вдоль (2) и поперек (3) прокатки

На рис. 2 представлены варианты для определения оптимального формирования деформационных зон скрайбирования в пластинчатых отдельных ярмах и П-образных элементах шихтованного стержневого магнитопровода. Конструкция шихтованного магнитопровода не позволяет полностью использовать магнитоодноосные свойства текстурированной стали при сборке магнитопровода из отдельных пластин сложной формы, содержащих не только продольные участки (участки 2 и в ярмах), но и поперечные относительно текстуры участки (3). Кроме того, это обуславливается и несовпадением направлений потока и текстуры в углах магнитопровода при изгибе магнитной линии (рис. 2 а). Как показывает опыт, потери в собранном сердечнике из холоднокатаной стали превышают потери материала на 30–50 % [6, 7]. Для ослабления этого явления целесообразно делать торцовые края пластин скошенными под углом 45°, а не 90° (рис. 2 а, б).

В участках П-образных элементов, соединяющих пластины стержней и имеющих ориентацию поперек направления прокатки (рис. 2 а, б, участки 3), нанесение вдоль оси текстуры [001] зон деформации вызывает появление растягивающих напряжений, ориентированных поперек оси текстуры. Это растяжение изменяет продольную магнитную анизотропию на двухосную поперечную, вызывая перестройку исходных основных полосовых 180° доменов шириной D из структуры A , с намагниченностью и границами, параллельными продольной оси [001], в структуру типа C [8], с поверхностными замыкающими доменами (1), намагниченными вдоль и против направления легчайшего намагничивания [001], и внутриобъемными 90° доменами (4), намагниченными поперечно, вдоль двух других осей легкого намагничивания [010] и [100].

Объемная схема доменной структуры представлена на рис. 3. Движение границ внутриобъемных доменов (4) этой структуры и обеспечивает перемагничивание магнитопровода в этих участках путем смещения границ доменов.

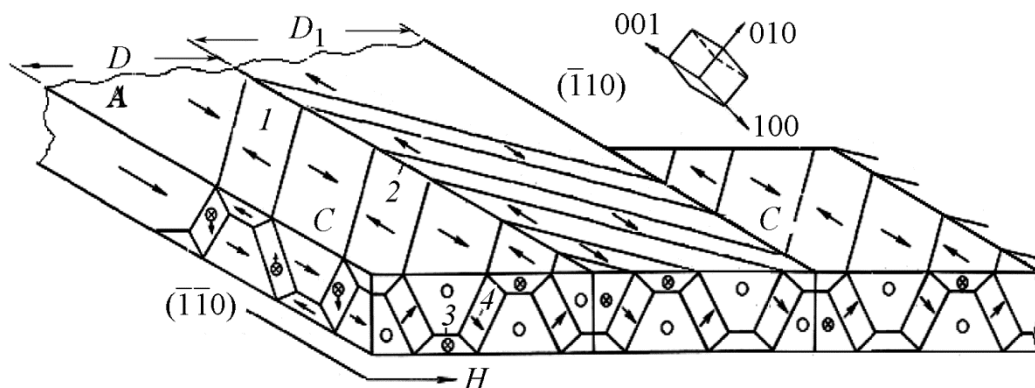


Рис. 3. Схема объемной доменной структуры в угловых участках элементов магнитопровода с продольной (110) $[001]$ и поперечной (110) $[011]$ ориентациями сторон: H – направление намагничивающего поля в трансформаторе за время П2; $\rightarrow$ – ориентация намагниченности поверхностных замыкающих доменов (1), намагниченных вдоль и против направления легчайшего намагничивания $[001]$, внутренних доменов (4), намагниченных вдоль направлений легкого намагничивания $[010]$ и $[100]$; $\otimes$ – проекции намагниченностей внутренних доменов (4) на боковую плоскость кристаллита $(\bar{1}\bar{1}0)$; 2 – граница между основными полосовыми 180° доменами шириной D ; 3 – внутренняя граница между замыкающими доменами двух поверхностей пластинчатого элемента

Следовательно, после скрайбирования и в этих участках магнитопровода основная намагниченность доменов ориентирована вдоль осей легкого намагничивания (вдоль ребер куба) и процесс перемагничивания совершается энергетически малозатратным механизмом смещения доменных границ, а не более трудным процессом вращения намагниченности в исходной магнитной структуре.

Снижение вихретовых потерь за счет измельчения полосовых доменов скрайбированием сопровождается нарушением кристаллической решетки вблизи зон воздействия и ростом гистерезисной составляющей магнитных потерь. Поэтому при локальном скрайбировании следует находить оптимальный энергетический режим, узость зон деформации и оптимальные промежутки между ними, а также использовать последующую термоманитную обработку для уменьшения напряжений вблизи зон скрайбирования. Результаты исследованных воздействий приведены в таблице.

Магнитные потери и их изменение после механического скрайбирования и ТМО

п/п	Состояния элементов магнитопровода	Магнитные потери ($P_{1,7/50}$), Вт/кг	Проводимые операции	Изменения $P_{1,7/50}$, %
1	Рулонная сталь*	1,17	–	–
2	Обычный магнитопровод	1,38	1–2	18
3	Скрайбирование	1,26	2–3	– 9
4	Скрайб. + ТМО	1,23	2–4	–11

*Толщина пластин 0,27 мм. Сталь 3407.

Эти результаты скрайбирования и термоманитной обработки существенно дополняют эффект магнитоактивных (растягивающих металл) электроизоляционных покрытий, определенный ранее на магнитомягких лентах электротехнических анизотропных сплавов и изделиях из них [9–12].

Нанесение зон деформации с помощью штампов делает этот метод достаточно экономичным и перспективным для внедрения в производстве.

4. Заключение

Результаты экспериментальных исследований влияния комбинированного воздействия скрайбирования и термомагнитной обработки элементов трансформаторных магнитопроводов подтверждают возможность эффективно оптимизировать прохождение магнитного потока в замкнутой магнитной цепи многослойного шихтованного магнитопровода. За счет введения растягивающих напряжений и перестройки типа доменной структуры в участках магнитопровода, ориентированных не вдоль оси прокатки материала, обеспечивается прохождение магнитного потока по всему магнитопроводу вдоль осей легкого намагничивания электротехнической стали. Кроме того, за счет комбинированной обработки уменьшаются магнитные поля рассеяния в угловых участках многослойных шихтованных магнитопроводов.

Величина снижения магнитных потерь в магнитопроводе составляет 9–10 % за счет скрайбирования элементов магнитопровода и 10–12 % – при комбинированном воздействии механического скрайбирования и термомагнитной обработки, что приближает магнитные свойства изделия к свойствам, заложенным в материал при производстве ленты стали. Результаты, полученные при деформационно-текстурирующих воздействиях, указывают на перспективность практического применения этих воздействий для повышения магнитных свойств магнитопроводов электротехнических изделий.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания по темам «Магнит» № АААА-А18-118020290129-5, «Диагностика» № АААА-А18-118020690196-3 и проекта УрО РАН №18-10-2-8.

Литература

1. Characteristics of laser irradiated grain oriented silicon steel / M. Nakamura, K. Hirose, T. Iuchi, S. Yamaguchi, T. Ichiyama, Y. Ohya // IEEE Trans. Magn. – 1982. – Vol. 18, no. 6. – P. 1508–1510. – DOI: 10.1109/TMAG.1982.1062057.
2. Sato K., Ishida M., Hina E. Heat-proof domain-refined grain-oriented electrical steel // Kawasaki Steel Technical Report. – 1998. – No. 39. – P. 21–28.
3. Dragoshanskii Yu. N., Pudov V. I., Karenina L. S. Optimizing the domains and reducing the magnetic losses of electrical steel via active coating and laser treatment // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. – 2013. – Vol. 77, no. 10. – P. 1286–1288. – DOI: 10.7868/S0367676513100104.
4. Perspective of laser-mechanic method used for improvemet of physic properties of transformer steel / Yu. N. Dragoshanskii, V. I. Pudov, Yu. J. Reutov, A. S. Doroshek // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2017. – Iss. 6. – P. 48–56. – DOI: 10.17804/2410-9908.2017.6.048-056.
5. Устройство для оптического мониторинга поверхности твердых тел : пат. 174673 Рос. Федерация / Драгошанский Ю. Н., Пудов В. И. – № 2017112851/28 ; заявл. 13.04.2017 ; опубл. 25.10. 2017, Бюл. №30 (II ч.). – 5 с.
6. Багаев К. И. Оценка влияния индукции на потери в магнитопроводе трансформатора при различных системах шихтовки магнитопровода // Ползуновский вестник. – 2013. – № 4–2. – С. 4–11.

7. Анализ причин увеличения потерь мощности на холостой ход в силовых трансформаторах с анизотропной сталью / В. П. Кобылин, Г. И. Давыдов, Д. Е. Афанасьев, Р. П. Ли-Фир-Су, В. А. Седалищев, П. Ф. Васильев // *Электричество*. – 2015 – № 3. – С. 13–18.
8. Investigation of the Effects of Crystallographic Anisotropy and the Domain Structure of Ferromagnets on the Parameters of Double Electromagnetic-Acoustic Transformation / E. S. Gorkunov, Yu. N. Dragoshanskii, M. N. Solomein, V. A. Barkhatov, S. M. Zadvorkin // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2005. – Vol. 41. – No. 4. – P. 207–217. – DOI: 10.1007/s11181-005-0152-3.
9. Пудов В. И., Драгошанский Ю. Н. Перспективность применения аморфнокристаллических покрытий для магнитомягких сплавов // *Упрочняющие технологии и покрытия* – 2013. – № 8. – С. 44–48.
10. Pudov V. I., Dragoshanskii Y. N. Domain structure and magnetic losses in laminated magnetic circuits upon laser treatment // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2015. – Vol. 116, no. 6. – P. 538–543. – DOI: 10.1134/S0031918X15060083.
11. Способ обработки шихтованного магнитопровода стержневого трансформатора : пат. 2565239 Рос. Федерация / Пудов В. И., Драгошанский Ю. Н. – № 2014120595/07 ; заявл. 21.05.2014 ; опубл. 20.10. 2015, Бюл. № 29(II ч.). – 7 с.
12. Pudov V. I., Dragoshanskii Yu. N. Magnetic Domain Structure and Thermal Stabilization of Laser Treatment Zones in Soft Magnetic Materials // *Physics of the Solid State*. – 2016. – Vol. 58, no. 2. – P. 258–265. – DOI: 10.1134/S1063783416020232.

Received: 18.10.2018

Revised: 26.11.2018

Accepted: 30.11.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.173-183

DETERMINATION OF THERMAL EFFECTS OF DIFFUSIONLESS PHASE TRANSFORMATIONS IN LOW-CARBON LOW-ALLOY STEELS AT HIGH COOLING RATES

I. A. Artemiev^{1, a)}, M. L. Krasnov^{2, b)}, G. M. Rusakov^{3, 4, c)}, and S. V. Danilov^{4, d)*}

¹Ausferr Research and Technology Center, 18 Gorkogo St., Magnitogorsk, 455000, Russian Federation

²Magnitogorsk Iron and Steel Works OJSC, 93 Kirova St., Magnitogorsk, 455000, Russian Federation

³M. N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620990, Russian Federation

⁴B. N. Yeltsin Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russian Federation

a)  krasnov.ml@mmk.ru

b)  ztc@ausferr.ru;

c)  <https://orcid.org/0000-0003-2943-3064>  germanrusakov@yandex.ru;

d)  <https://orcid.org/0000-0002-4653-2518>  s.v.danilov@bk.ru

*Corresponding author. E-mail: s.v.danilov@bk.ru

Address for correspondence: ul. Mira, 19, Ekaterinburg, 620002, Russian Federation

Tel.: +7 (343) 375 48 03

We have designed an original laboratory bench allowing one to model technological rates of cooling of hot-rolled sheets in the process of controlled thermomechanical processing. The bench consists of a heating furnace with a mechanism for sample extraction and fixation, a temperature measurement unit comprising three pyrometers, an air-cooling unit with a pneumatic system, a unit for management and information recording. The sample cooling rate is controlled through sample thickness and pressure in the air cooling system. We use samples cut from an industrial sheet of the 06G2MB-type low-carbon low-alloy pipe steel, which is intended for production of large pipes of the X80 strength class. We have obtained time dependencies of sample temperatures at cooling rates ranging from 50 to 700 °C/s. The heat effect of bainitic transformation is equal to 120 ± 5 kJ/kg, this being twice the thermal effect of martensitic transformation for low-carbon steels.

Keywords: thermal effect of phase transition, pipeline steel, controlled thermomechanical processing, cooling rate, martensitic transformation, bainitic transformation.

Acknowledgment

The study was performed on the equipment from the Ausferr JSC within the framework of the state assignment from the Federal Agency for Scientific Organizations of the Russian Federation, theme Structure, registration number 0120146333. We express our gratitude for the assistance to the Program of Support Rendered to the Leading Universities of the Russian Federation in Order to Improve Their Competitiveness, No. 211, of the Government of the Russian Federation No. 02.A03.21.0006. We are also grateful to the MISW PJSC for their support and instrumentality in the organization of the research.

References

1. Sung H.K., Shin S.Y., Hwang B., Lee C.G., Kim N.J., Lee S. Effects of carbon equivalent and cooling rate on tensile and Charpy impact properties of high-strength bainitic steels. *Materials Science and Engineering A*, 2011, vol. 530, pp. 530–538. DOI: 10.1016/j.msea.2011.10.015.

2. Liang X.J., Hua M.J., Garcia C.I., Deardo A.J. The thermomechanical controlled processing of high-strength steel plate: A New View of toughness based on modern metallography. *Materials Science Forum*, 2013, vol. 762, pp. 38–46. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.762.38.
3. Goli-Oglu E.A., Éfron L.I., Morozov Yu.D. Effect of deformation regime in main stages of controlled rolling on pipe steel microstructure. *Metal Science and Heat Treatment*, 2013, vol. 55, pp. 294–297. DOI: 10.1007/s11041-013-9622-8.
4. Shigeru E., Naoki N. Development of Thermo-Mechanical Control Process (TMCP) and high performance steel in JFE Steel. *JFE Technical Report*, 2015, no. 20, pp. 1–7.
5. Lobanov M.L., Borodina M.D., Danilov S.V., Pyshmintsev I.Y., Struin A.O. Texture Inheritance on Phase Transition in Low-Carbon, Low-Alloy Pipe Steel after Thermomechanical Controlled Processing. *Steel in Translation*, 2017, vol. 47, pp. 710–716. DOI: 10.3103/S0967091217110055.
6. Pyshmintsev I.Y., Struin A.O., Gervasyev A.M., Lobanov M.L., Rusakov G.M., Danilov S.V., Arabey A.B. Effect of bainite crystallographic texture on failure of pipe steel sheets made by controlled thermomechanical treatment. *Metallurgist*, 2016, vol. 60, pp. 405–412. DOI: 10.1007/s11015-016-0306-7.
7. Sabirov I., De Diego-Calderón I., Molina-Aldareguia J. M., Föjer C., Thiessen R., Petrov R.H. Microstructural design in quenched and partitioned (Q&P) steels to improve their fracture properties. *Materials Science and Engineering A*, 2016, vol. 657, pp. 136–146. DOI: 10.1016/j.msea.2016.01.011.
8. Gong W., Tomota Y., Paradowska A.M., Kelleher J.F., Zhang S.Y. Effects of ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, pp. 4142–4154. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.03.041.
9. Hulka K., Peters P., Haisterkamp F. Trends in the Development of Large-Diameter Pipe Steels. *Steel in Translation*, 1997, vol. 27, no. 10, pp. 64–70. (In Russian).
10. Lobanov M.L., Yurovskikh A.S., Kardonina N.I., Rusakov G.M. *Metody issledovaniya tekstur v materialakh: uchebnoe posobie* [Methods of Study of Textures in Materials]. Izd. Uralsk. Univ. Publ., Ekaterinburg, 2014, 115 p. (In Russian).
11. Lobanov M.L., Rusakov G.M., Redikul'tsev A.A., Belikov S.V., Karabanalov M.S., Struina E.R., Gervas'ev A.M. Investigation of Special Misorientations in Lath Martensite of Low-Carbon Steel Using the Method of Orientation Microscopy. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, pp. 254–259. DOI: 10.1134/S0031918X1603008X.
12. Lobanov M.L., Rusakov G.M., Urtsev V.N., Krasnov M.L., Mokshin E.D., Shmakov A.V., Platov S.I. Thermal effect of bainitic transformation in tube steels during accelerated cooling. *Letters on Materials*, 2018, vol. 8 (3), pp. 246–251. DOI: 10.22226/2410-3535-2018-3-246-251.
13. Ivanov D.A., Kuvayev N.V., Kuvayeva T.V. Calculation of the heat capacity of low-carbon low-alloy steel in modeling non-isothermal phase transformations. *Teoriya i Praktika Metallurgii*, 2010, no. 1–2, pp. 43–48. (In Russian).
14. Sufiyanova G. I., Spivak L. V. Fazovye prevrashcheniya nizkouglerodistykh martensitnykh stalyakh. In: *Fizika dlya Permskogo kraya*: Conference proceedings, Perm, 2016, Permskiy Gos. Nats. Issled. Un-t Publ., 2016, pp. 37–39. (In Russian).
15. Bhadeshia H.K.D.H. Martensite and bainite in steels: Transformation mechanism & mechanical properties. *Journal De Physique IV : JP*, 1997, vol. 7 (5), pp. C5-367–C5-376.
16. Gol'dshtein M.I., Popov V.V. Rastvorimost' faz vnedreniya pri termicheskoi obrabotke stali [Solubility of Interstitial Phases in the Heat Treatment of Steel]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1989 (In Russian).

Подана в журнал: 18.10.2018
УДК 669.15-194.2:53.06
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.173-183

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОВЫХ ЭФФЕКТОВ СДВИГОВЫХ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В МАЛОУГЛЕРОДИСТЫХ НИЗКОЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ ПРИ БОЛЬШИХ СКОРОСТЯХ ОХЛАЖДЕНИЯ

И. А. Артемьев^{1, а)}, М. Л. Краснов^{2, б)}, Г. М. Русаков^{3, 4, в)}, С. В. Данилов^{4, г)*}

¹ИТЦ «Аусферр», ул. Горького 18, 455000, Магнитогорск, Российская Федерация

²Магнитогорский металлургический комбинат, ул. Кирова, 93, 455000, Магнитогорск, Российская Федерация

³Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН,

ул. С. Ковалевской 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация

⁴Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,
ул. Мира 19, 620002, Екатеринбург, Российская Федерация

а) ✉ krasnov.ml@mmk.ru

б) ✉ ztc@ausferr.ru;

в)  <https://orcid.org/0000-0003-2943-3064> ✉ germanrusakov@yandex.ru;

г)  <https://orcid.org/0000-0002-4653-2518> ✉ s.v.danilov@bk.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: s.v.danilov@bk.ru

Адрес для переписки: ул. Мира 19, 620002, Екатеринбург, Российская Федерация

Тел.: +7 (343) 375–48–03

Разработан оригинальный лабораторный стенд, позволяющий моделировать технологические скорости охлаждения горячекатаных листов в процессе контролируемой термомеханической обработки. Стенд состоит из нагревательной печи с механизмом извлечения и фиксации образцов, блока измерения температуры, включающего три пирометра, узла воздушного охлаждения с пневмосистемой, узла управления и регистрации информации. Скорость охлаждения образцов регулировали толщиной образцов и давлением в системе воздушного охлаждения. В качестве материалов для исследований использовали образцы, вырезанные из промышленного листа малоуглеродистой низколегированной трубной стали типа 06Г2МБ, предназначенного для производства труб большого диаметра класса прочности Х80. Были получены зависимости температуры образцов от времени при скоростях охлаждения 50–700 °С/с. Величина теплового эффекта бейнитного превращения оказалась равной 120 ± 5 кДж/кг, что в два раза превышает тепловой эффект мартенситного превращения для низкоуглеродистых сталей.

Ключевые слова: тепловой эффект фазового превращения, трубные стали, контролируемая термомеханическая обработка (ТМСР), мартенситное превращение, бейнитное превращение.

1. Введение

Современный уровень производства трубных изделий ответственного назначения с заданными функциональными свойствами и прогнозируемыми структурами, требует управления параметрами технологических процессов в соответствии с кинетикой протекающих в материале физических процессов [1–5]. Важнейшими характеристиками процессов структурных и фазовых превращений, протекающих в материале при его обработке, являются величины их тепловых эффектов. Удельные величины тепловых эффектов наряду с технологическими параметрами определяют температуру материала в различные моменты его продвижения по технологической цепочке, и в итоге могут существенно влиять на структуру и свойства материала или изделия [1, 6–8].

Значимой проблемой при прецизионном определении тепловых эффектов превращений с использованием лабораторных калориметров являются сравнительно медленные скорости охлаждения образцов, т. е. скорости, существенно отличные от параметров, реализующихся в условиях промышленного производства. Очевидно, что различия в лабораторных и промышленных скоростях охлаждения приводят как к смещению температурных интервалов превращений, так и к искажению величин тепловых эффектов последних.

Цель работы – определение величин тепловых эффектов бейнитного и мартенситного превращений в малоуглеродистой низколегированной трубной стали, используемой при ТМСП (Thermo-Mechanical Controlled Processing), необходимых для моделирования и, соответственно, управления процессами контролируемой термомеханической обработки на современных прокатных станах.

2. Материалы и методика

Для моделирования кинетики теплофизических процессов, протекающих в сталях при скоростях охлаждения, воспроизводящих технологические параметры обработки (ТМСП), ИТЦ «Аусферр» разработал стенд (рис. 1), состоящий из нагревательной печи с механизмом извлечения и фиксации образцов, блока измерения температуры, узла воздушного охлаждения с пневмосистемой, узла управления и регистрации информации.

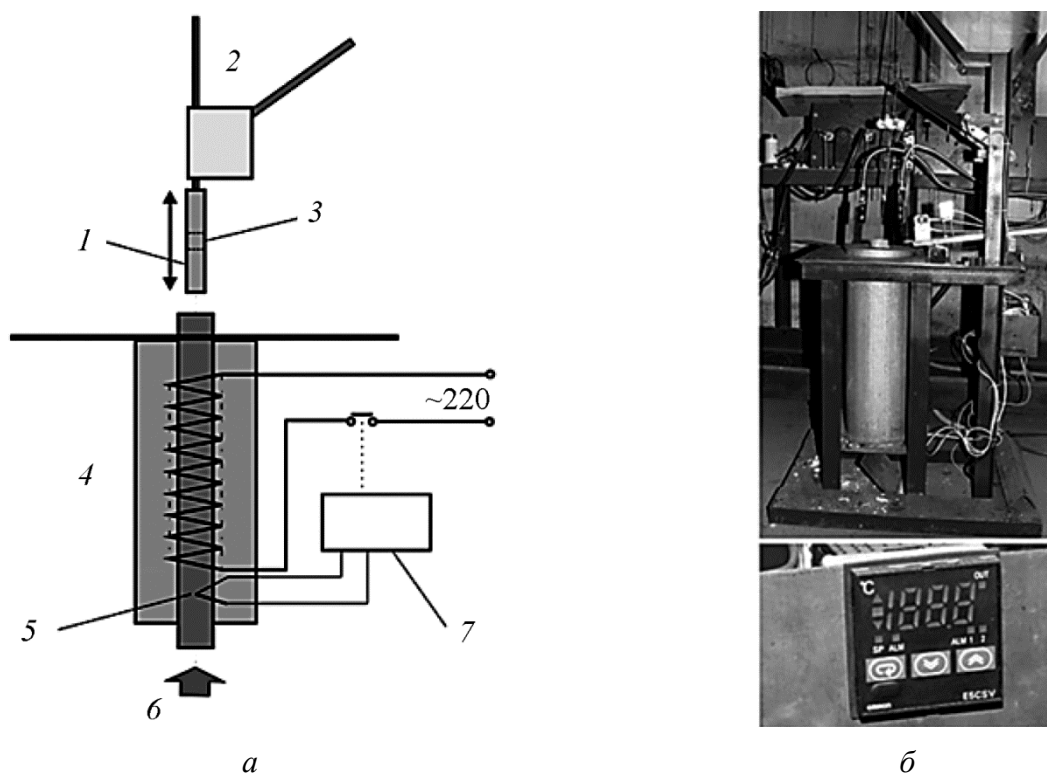


Рис. 1. Установка для определения тепловых эффектов фазовых превращений при больших скоростях охлаждения: *а* – схема; *б* – внешний вид; 1 – образец; 2 – механизм перемещения образца; 3 – область образца для измерений температуры; 4 – шахтная печь; 5 – термопара; 6 – подача аргона; 7 – контроллер печи

Вертикальная печь с цилиндрическим муфелем управляется независимым контроллером, поддерживающим заданную температуру. Для уменьшения окисления образцов в печь производится поддув аргона. Установка снабжена механизмом, позволяющим быстро извле-

кать образец из печи и фиксировать его в рабочей зоне установки. Привод механизма – ручной, механизм снабжен концевым выключателем, запускающим процедуру регистрации.

Для измерения температуры применяются три пирометра. Два из них – Raytek Marathon FR1A – двухрежимные пирометры ближнего инфракрасного спектра, имеющие диапазон измерения 550–1100 °С, третий – быстродействующий пирометр OPTIRIS CTfast, работающий в среднем ИК-диапазоне. Диапазон измеряемых температур прибора –50–775 °С. Перед измерением пирометры юстируются в точку, находящуюся в центре образца, извлеченного из печи. С этой же точкой совмещаются оси охлаждающих струй воздуха.

При пирометрических измерениях основная погрешность измерения определяется тем, что неизвестен коэффициент черноты диагностируемой поверхности. В применявшейся методике эта проблема решается тем, что один из пирометров FR1A работает в режиме спектральных отношений. Показания пирометра спектральных отношений, работающего на близких спектральных линиях, не зависят от коэффициента черноты. Это позволяет откалибровать показания двух оставшихся пирометров непосредственно в эксперименте, и, тем самым, реализовать измерения температуры с высокой точностью в диапазоне 50–1100 °С.

Обдув образцов производится плоским потоком воздуха, направленным под углом 15–30° к образцу для исключения теневых зон. Пневмосистема установки обеспечивает поддержание стабильного давления в магистралях в течение всего эксперимента. Принудительное охлаждение образцов производится с помощью блока сопел, имеющего 10 отверстий. Такая геометрия блока сопел позволяет получить однородный, близкий к плоскому, поток воздуха в зоне образца. Кроме блоков сопел пневмосистема стенда включает в себя компрессор с ресивером, редуктор, электромагнитный клапан, сенсоры для измерения давления.

Регистрация информации и управление установкой в процессе эксперимента проводится специализированным вычислительным узлом, работающим под управлением ОС реального времени. Основная экспериментальная информация – показания пирометров. Кроме того, контролируются давления в пневмосистеме и срабатывание концевого датчика. К каждому измерению система привязывает его время, что позволяет совмещать показания датчиков разных измерительных каналов.

В ходе эксперимента образец устанавливается в механизме перемещения и фиксации. С помощью узла юстирования все пирометры фокусируются в центральную точку поверхности образца. С этой же точкой совмещаются оси охлаждающих струй воздуха. Далее образец перемещается в печь, где нагревается до заданной температуры. После завершения выдержки происходит возвращение образца в первоначальное положение. Срабатывание концевых датчиков запускает процессы воздушного обдува и регистрации показаний пирометров.

В качестве материалов для исследований использовались образцы, вырезанные из промышленного листа малоуглеродистой низколегированной стали типа 06Г2МБ (~ 0,05 мас. % С; ≤ 2,0 мас. % Mn; ~ 0,2 мас. % Mo; ~ 0,05 мас. % Nb, остальное железо и неизбежные примеси), предназначенного для производства труб большого диаметра классов прочности К60, К65. Образцы представляли собой пластины 20×70 мм, толщина которых варьировалась в диапазоне от 0,25 до 1,10 мм. Подобные размеры образцов обеспечивали практически однородный теплообмен при процессах их нагрева или охлаждения.

Образцы нагревали в печи стенда до температуры аустенитизации 980 °С (без растворения карбидных фаз, выделившихся при промышленной ТМСП) [9] и выдерживали в течение 30 мин. Скорость охлаждения образцов регулировали толщиной образцов и давлением в системе воздушного охлаждения.

В результате экспериментов был получен набор образцов, охлажденных в температурном интервале от 980 °С до эффективной температуры начала фазовых превращений со скоростями (dT/dt) в интервале 50–700 °С/с. По экспериментально полученным термограммам (рис. 2 а) определяли эффективные температуры начала и конца фазовых превращений, временные интервалы их реализации и тепловые эффекты.

Структурные составляющие в охлажденных с различными скоростями образцах выявляли с использованием ориентационной микроскопии, основанной на дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) [10], по спектрам межкристаллитных границ, включая специальные [5, 11]. На образцах также готовили металлографические шлифы для исследования микроструктуры и локальной текстуры. Электронно-микроскопическое исследование структуры проводили на растровом микроскопе Tescan Mira3 с автоэмиссионным катодом при ускоряющем напряжении 20 кВ. Для определения ориентировки отдельных зерен и анализа локальной текстуры использовали приставку EBSD HKL Inca с системой анализа Oxford Instruments. Шаг сканирования – 0,1 мкм. Погрешность определения ориентации кристаллической решетки – не более $\pm 1^\circ$ (в среднем $\pm 0,6^\circ$). Малоугловые границы между локальными объемами строили на ориентационных картах при разориентациях от 1 до 15° (линии толщиной в 1 пиксел), при разориентациях выше 15° проводили высокоугловые границы (линии толщиной в 2 пикселя).

Анализ специальных границ между отдельными зернами осуществляли построением их на ориентационных картах с учетом заложенного в программное обеспечение стандартного критерия Брендона $\pm \Delta\Theta$. Для каждой границы он составляет конкретную величину: $\Delta\Theta = 15^\circ/(\Sigma n)^{1/2}$, где Σn – количество совпадающих узлов при наложении трехмерных кристаллических решеток.

3. Методика обработки экспериментальных кривых

Для анализа траекторий охлаждения использовали уравнение теплового баланса

$$\frac{dQ(t)}{dt} = \Phi(t) - J(t), \quad (1)$$

где $dQ(t)$ – фиксируемая величина тепловой энергии в образце в момент времени t ; $\Phi(t)$ – скорость выделения тепла в пластине при фазовом превращении; $J(t)$ – скорость отвода тепла с поверхности.

Поскольку в случае быстрого охлаждения определяющим является конвективный механизм отвода тепла, излучением Стефана-Больцмана можно пренебречь. В этом случае

$$J(t) = -K(T(t) - T_r)S, \quad (2)$$

где $T(t)$ – температура образца в момент времени t ; T_r – температура охлаждающего воздуха, S – площадь поверхности образца; K – коэффициент теплопередачи.

С учетом того, что изменение тепла в пластине определяется соотношением $\delta Q = m \delta(cT)$, где m – масса образца; c – его удельная теплоемкость, уравнение (1) представляется в виде

$$\frac{1}{V} \frac{dQ(t)}{dt} = \frac{d(\rho c T)}{dt} = \frac{1}{V} \Phi(t) - \frac{K}{h} (T - T_r), \quad (3)$$

где V – объем образца; ρ – его плотность; h – толщина пластины. Переходя к удельным величинам, запишем выражение (3) в форме

$$\delta q(T(t)) \equiv \delta(\rho c T(t)) = \phi(T(t)) \delta t - \frac{K}{h} (T - T_r) \delta t. \quad (4)$$

Последнее соотношение имеет простой физический смысл. При постоянных ρ и c изменение температуры δT в процессе охлаждения за интервал времени δt определяется наложением двух процессов: ее повышением вследствие тепловыделения при фазовом превраще-

нии $\delta\varphi$ и понижением благодаря теплоотводу с поверхности со скоростью $K(T - T_r)/h$, не зависящей от фазового состояния и определяемой текущим значением температуры T .

Как видно из уравнения (3), при постоянных ρ и c величина $K(T - T_r)/h$ определяется скоростью изменения температуры dT/dt в отсутствие превращения. То есть при $\varphi = 0$:

$$\frac{\delta q_1}{\delta t} \equiv \rho c \frac{\delta T_1(t)}{\delta t} = -\frac{K}{h}(T_1(t) - T_r). \quad (5)$$

С учетом выделяющейся в процессе превращения теплоты будем иметь

$$\frac{\delta q}{\delta t} \equiv \rho c \frac{\delta T(t)}{\delta t} = \phi(t) - \frac{K}{h}(T(t) - T_r). \quad (6)$$

Существенное уточнение: температура $T > T_1$. Из уравнений (6) и (5) получаем удельную теплоту, выделяющуюся к моменту времени t :

$$\frac{\delta \Delta q}{\delta t} \equiv \rho c \frac{\delta \Delta T(t)}{\delta t} = \phi(t) - \frac{K}{h}\Delta T(t), \quad (7)$$

где $\delta q = q - q_1$; $\Delta T = T - T_1$. Из уравнения (7) видно, что тепловой эффект полностью определяется фазовым превращением, если последним слагаемым можно пренебречь. В общем случае удельная теплота превращения, выделившаяся с начала превращения t_s к моменту времени t , представлена выражением:

$$Q(t) = \int_{t_s}^t \phi(t') dt' = \int_{t_s}^t \left(\rho c \frac{\delta \Delta T(t')}{\delta t'} + \frac{K}{h} \Delta T(t') \right) dt' = \rho c \Delta T(t) + \frac{K}{h} \int_{t_s}^t \Delta T(t') dt'. \quad (8)$$

Таким образом, истинная теплота превращения $Q(t)$ больше чем кажущаяся $\rho c \Delta T(t)$ на величину $\frac{K}{h} \int_{t_s}^t \Delta T(t') dt'$, определяемую теплоотводом с поверхности. Первое слагаемое полностью определяет теплоту превращения в отсутствие теплоотвода, когда температура постоянна до и после превращения, а ее изменение дает тепловой эффект. Величина ΔT с течением времени уменьшается и первое слагаемое стремится к нулю, а тепловой эффект переходит во второе слагаемое, описывающее удаление тепловой энергии, и в предельном случае больших времен весь тепловой эффект определяется отведенным теплом.

Ограничимся интервалом времени фазового превращения $t_f - t_s$ (t_f – время конца превращения), так что:

$$Q(t) = \int_{t_s}^{t_f} \phi(t') dt' = \rho c \Delta T(t_f) + \frac{K}{h} \int_{t_s}^{t_f} \Delta T(t') dt', \quad (9)$$

где первое слагаемое дает основной вклад, а второе – поправку на отведенную тепловую энергию.

Экспериментальные зависимости $T_i(t)$ как для высокотемпературной ($i \equiv \gamma$), так и низкотемпературной ($i \equiv \alpha$) областей на термограммах хорошо аппроксимируются выражениями:

$$T(t) = T_r + (T_i + T_r) \exp(-\beta_i t), \quad (10)$$

где β_i – коэффициент [с^{-1}], определяемый в результате аппроксимации (рис. 2 б).

С учетом (10) уравнение (9) представляем в удобном для практического использования виде:

$$Q(t) = \rho c \Delta T(t_f) + \rho c \beta \int_{t_s}^{t_f} \Delta T(t') dt'. \quad (11)$$

Алгоритм численного расчета тепловых эффектов с использованием метода конечных разностей приведен в [12]. При его проведении время протекания фазового превращения ($t_f - t_s$) определяли из анализа зависимости $dT(t)/dt$ от t (рис. 2 б). Теплоемкости γ - и α -фаз в [Дж / (кг·°C)], согласно [13], задавали выражениями: $C_\gamma = 0,1202T + 514,5$; $C_\alpha = 0,4832T + 434,6$. Долю превращения $(1 - V_\gamma / (V_\gamma + V_\alpha))$ находили нормированием участка функции $f(t) = \ln(T(t) - T_r)$, соответствующего времени протекания фазового превращения (рис. 2 з).

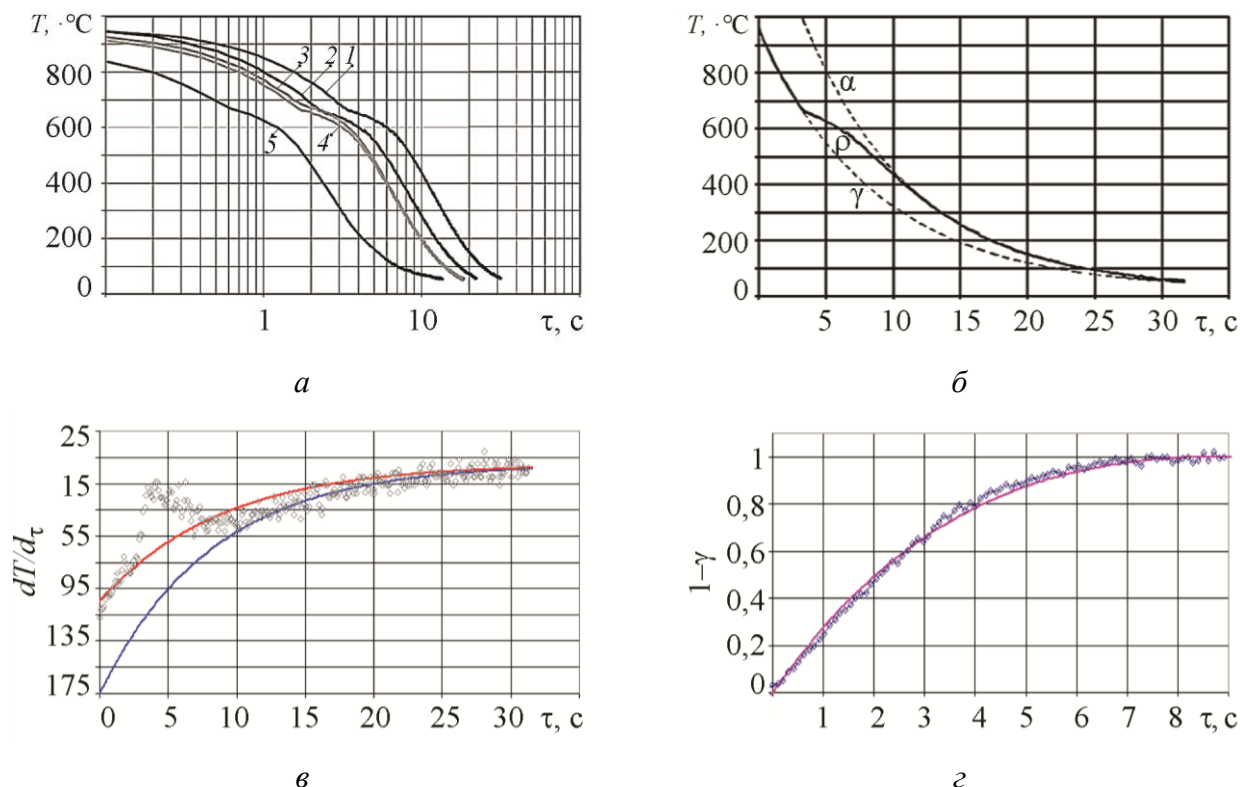


Рис. 2. Изменения температуры и производных от нее величин от времени при различных $V_{\text{охл.}}$ образцов: а – исходные термограммы: 1 – $V_{\text{охл.}}$ в интервале 850–950 °C $\approx$ 700 °C/c; 2 – $\approx$ 450 °C/c; 3 – $\approx$ 200 °C/c; 4 – $\approx$ 190 °C/c; 5 – $\approx$ 170 °C/c; 6 – $\approx$ 160 °C/c; 7 – $\approx$ 110 °C/c; б – экспоненциальные аппроксимации высокотемпературной – γ и низкотемпературной – α частей термограммы 6; в – изменение $V_{\text{охл.}}$ образца 6 в процессе фазового превращения; з – изменение доли низкотемпературной фазы в процессе фазового превращения

4. Результаты и обсуждение

В случае высоких скоростей охлаждения ($V_{\text{охл.}} \geq 600$ °C/c) в образцах наблюдалась характерная для мартенсита пакетная структура, состоящая из чередующихся пластин толщиной от 0,5 до 2 мкм, длиной до 10 мкм (рис. 3 а). В пределах одного мартенситного пакета наблюдались 2–3 кристаллографические ориентации кристаллитов. Уменьшение $V_{\text{охл.}}$ до 400–200 °C/c привело к формированию заметно менее однородной структуры, в которой наряду с мартенситными пакетами фиксировались сравнительно более крупные, отдельные (внепакетные) кристаллиты, характеризующиеся неравновесными формами, имеющие максимальный размер около 20 мкм.

При скоростях охлаждения 200–100 °C/с в структуре практически исчезли мартенситные пакеты. Структура была представлена неравноосными кристаллитами неправильных геометрических форм максимальным размером до 20 мкм с мелкими темными включениями на их границах (рис. 3 б). При большем увеличении было видно, что включения являются не однородными выделениями, а характеризуются наличием собственной субструктуры, близкой к пакетной.

При дальнейшем уменьшении скорости охлаждения ниже 100 °C/с, формы кристаллитов основной структуры становились более равноосными. Границы кристаллитов имели тенденцию к выпрямлению. Возрастали как объемная доля, так и размеры темных включений. Ориентационная микроскопия позволяет утверждать, что включения являются мартенситными пакетами, в которых распад обогащенного углеродом аустенита реализовывался в последнюю очередь.

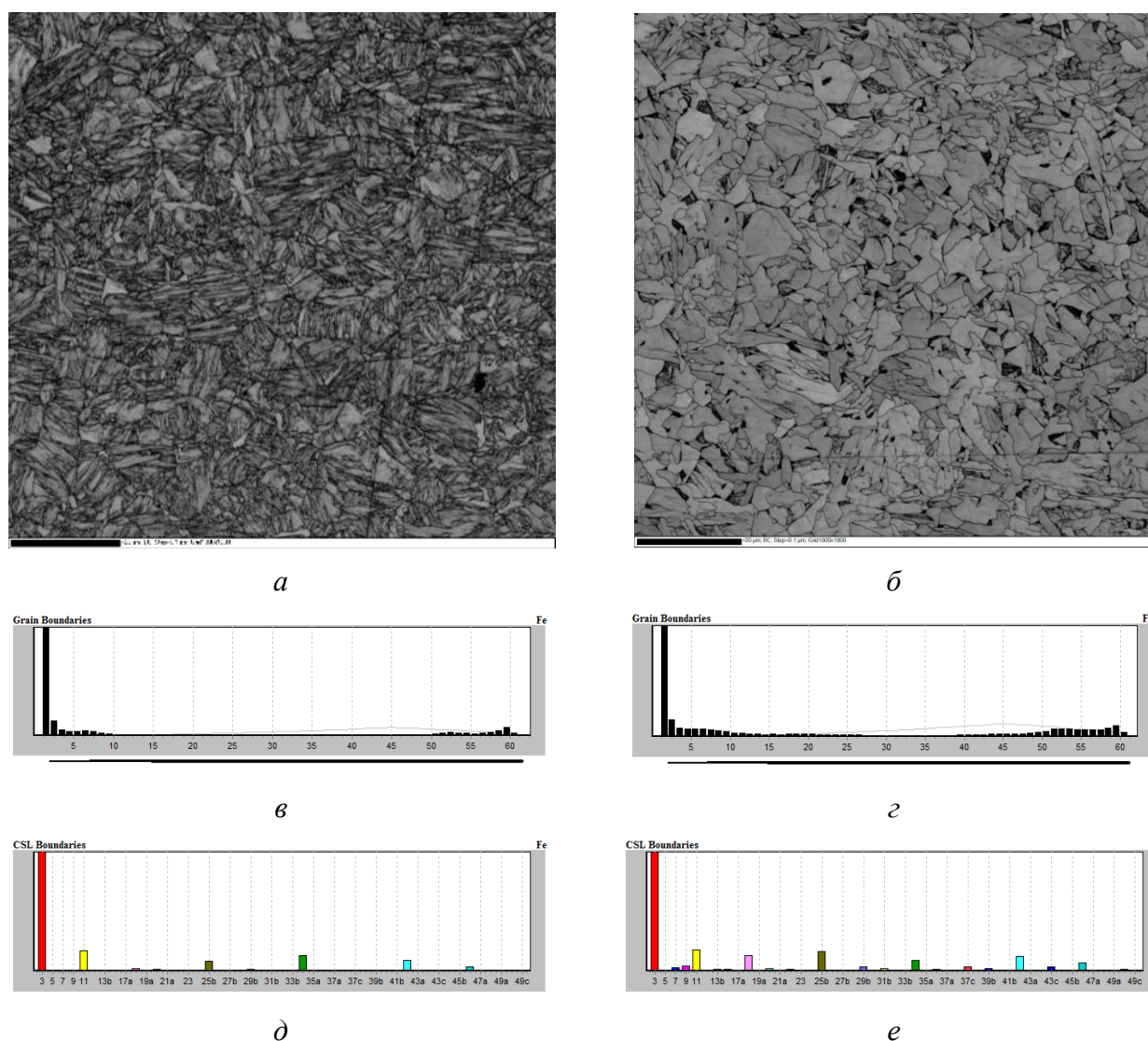


Рис. 3. Микроструктуры образцов, охлажденных с различными скоростями в обратно рассеянных электронах (а, б), и спектры межкристаллитных (в, г) и CSL (д, е) границ; а, в, д – $V_{\text{охл.}} \approx 700$ °C/с; б, г, е – $V_{\text{охл.}} \approx 170$ °C/с

Анализ спектров межкристаллитных границ (рис. 3 в–е) показывает, что все структуры, сформированные при скоростях охлаждения выше 100 °C/с, являются результатом сдвига-

вых фазовых превращений согласно [5, 11]: 1) среди межкристаллитных границ отсутствуют границы с углами разориентаций 20–45°; 2) в спектре РСУ-границ наиболее выраженными являются $\Sigma 3$, $\Sigma 11$, $\Sigma 25b$, $\Sigma 33c$, $\Sigma 41c$, что соответствует реализации фазовых превращений в соответствии с ориентационными соотношениями (ОС), промежуточными между ОС Курдюмова-Закса и ОС Нишиямы-Вассермана. Таким образом, структуры, сформированные при скоростях охлаждения выше 600 °С/с, являются мартенситными. При скоростях 200–100 °С/с формировались преимущественно (более чем на 95 %) бейнитные структуры. Для данных диапазонов скоростей охлаждения определялись тепловые эффекты мартенситного и бейнитного превращений.

Рассчитанный по термограммам тепловой эффект бейнитного превращения составляет 120 ± 10 кДж/К. Его величина приблизительно в два раза превышает эффект мартенситного превращения – 50 ± 20 кДж/К. Последний результат хорошо согласуется с тепловым эффектом мартенситного превращения для низкоуглеродистых сталей как рассчитанного в известных исследованиях [14], так и измеренного в современных работах [15]. Отметим, что тепловой эффект бейнитного превращения оказался близким к энергии активации диффузии углерода в аустените низколегированных сталей [16]. Последнее позволяет утверждать, что кинетика протекания бейнитного превращения в основном определяется энергетикой наиболее медленного процесса, а именно, перераспределением атомов углерода в аустените, протекающим параллельно сдвиговой перестройке решеток ГЦК в ОЦК (ОЦТ).

5. Заключение

На оригинальном лабораторном стенде, позволяющем моделировать технологические параметры обработки горячекатаных листов в процессе ТМСП, для скоростей охлаждения ≥ 600 и 200–100 °С/с определены тепловые эффекты, соответственно, бейнитного (120 ± 10 кДж/К) и мартенситного (50 ± 20 кДж/К) фазовых превращений в трубной стали марки 06Г2МБ.

Благодарность

Работа выполнена на оборудовании ОАО «Аусферр в рамках государственного задания ФАНО России, тема «Структура» («Structure»), номер госрегистрации 0120146333, при поддержке Российского научного фонда, грант № 18-19-00085. Авторы выражают признательность за содействие программе поддержки ведущих университетов РФ в целях повышения их конкурентоспособности № 211 Правительства РФ № 02.А03.21.0006. Авторы благодарят ПАО «ММК» за поддержку и содействие в организации исследования.

Литература

1. Effects of carbon equivalent and cooling rate on tensile and Charpy impact properties of high-strength bainitic steels / H. K. Sung, S. Y. Shin, B. Hwang, C. G. Lee, N. J. Kim, S. Lee // Materials Science and Engineering A. – 2011. – Vol. 530. – P. 530–538. – DOI: 10.1016/j.msea.2011.10.015.
2. The thermomechanical controlled processing of high-strength steel plate: A New View of toughness based on modern metallography / X. J. Liang, M. J. Hua, C. I. Garcia, A. J. Deardo // Materials Science Forum. – 2013. – Vol. 762. – P. 38–46. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.762.38.
3. Goli-Oglu E. A., Éfron L. I., Morozov Yu. D. Effect of deformation regime in main stages of controlled rolling on pipe steel microstructure // Metal Science and Heat Treatment. – 2013. – Vol. 55. – P. 294–297. – DOI: 10.1007/s11041-013-9622-8.
4. Shigeru E., Naoki N. Development of Thermo-Mechanical Control Process (TMCP) and high performance steel in JFE Steel // JFE Technical Report. – 2015. – No. 20. – P. 1–7.
5. Texture Inheritance on Phase Transition in Low-Carbon, Low-Alloy Pipe Steel after Thermomechanical Controlled Processing / M. L. Lobanov, M. D. Borodina, S. V. Danilov,

- I. Y. Pyshmintsev, A. O. Struin // Steel in Translation. – 2017. – Vol. 47. – P. 710–716. – DOI: 10.3103/S0967091217110055.
6. Effect of bainite crystallographic texture on failure of pipe steel sheets made by controlled thermomechanical treatment / I. Y. Pyshmintsev, A. O. Struin, A. M. Gervasyev, M. L. Lobanov, G. M. Rusakov, S. V. Danilov, A. B. Arabey // Metallurgist. – 2016. – Vol. 60. – P. 405–412. – DOI: 10.1007/s11015-016-0306-7.
7. Microstructural design in quenched and partitioned (Q&P) steels to improve their fracture properties / I. Sabirov, I. de Diego-Calderón, J. M. Molina-Aldareguia, C. Föjer, R. Thiessen, R. H. Petrov // Materials Science and Engineering A. – 2016. – Vol. 657. – P. 136–146. – DOI: 10.1016/j.msea.2016.01.011.
8. Effects of ausforming temperature on bainite transformation, microstructure and variant selection in nanobainite steel / W. Gong, Y. Tomota, A. M. Paradowska, J. F. Kelleher, S. Y. Zhang // Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61. – P. 4142–4154. – DOI: 10.1016/j.actamat.2013.03.041.
9. Хулка К., Петерс П., Хайстеркамп Ф. Тенденции разработки сталей для труб большого диаметра // Сталь. – 1997. – № 10. – С. 62–67.
10. Методы исследования текстур в материалах: учебное пособие / М. Л. Лобанов, А. С. Юровских, Н. И. Кардонина, Г. М. Русаков. – Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2014. – 115 с.
11. Investigation of Special Misorientations in Lath Martensite of Low-Carbon Steel Using the Method of Orientation Microscopy / M. L. Lobanov, G. M. Rusakov, A. A. Redikul'tsev, S. V. Belikov, M. S. Karabanalov, E. R. Struina, A. M. Gervas'ev // The Physics of Metals and Metallography. – 2016. – Vol. 117. – P. 254–259. – DOI: 10.1134/S0031918X1603008X.
12. Thermal effect of bainitic transformation in tube steels during accelerated cooling / M. L. Lobanov, G. M. Rusakov, V. N. Urtsev, M. L. Krasnov, E. D. Mokshin, A. V. Shmakov, S. I. Platov // Letters on Materials. – 2018. – Vol. 8 (3). – P. 246–251. – DOI: 10.22226/2410-3535-2018-3-246-251.
13. Иванов Д. А., Куваев Н. В., Куваева Т. В. Расчет теплоемкости низкоуглеродистой низколегированной стали при моделировании неизотермических фазовых превращений // Теория и практика металлургии. – 2010. – № 1–2. – С. 43–48.
14. Суфиянова Г. И., Спивак Л. В. Фазовые превращения низкоуглеродистых мартенситных сталях // Физика для пермского края : материалы региональной научно-практической конференции студентов, аспирантов и молодых ученых / под общ. ред. Н. Н. Картавых. – Пермский государственный национальный исследовательский университет, 2016 – С. 37–39.
15. Bhadeshia H. K. D. H. Martensite and bainite in steels: Transformation mechanism & mechanical properties // Journal De Physique. IV : JP. – 1997. – Vol. 7 (5). – P. C5-367–C5-376.
16. Гольдштейн М. И., Попов В. В. Растворимость фаз внедрения при термической обработке стали. М : – Металлургия, 1989. – 200 с.

Received: 11.10.2018

Revised: 31.10.2018

Accepted: 30.11.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.184-190

DEVELOPMENT OF TRIBOTECHNICAL MATERIALS BASED ON MIXTURES OF FLUOROPLASTS

P. N. Petrova^{a)} and O. V. Gogoleva^{b)*}

*Institute of Oil and Gas Problems, SB RAS,
20 Avtodorozhnaya St., Yakutsk, 677007, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-1859-8034>;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-5425-2295>  oli-gogoleva@yandex.ru

*Corresponding author. E-mail: oli-gogoleva@yandex.ru

Address for correspondence: 20 Avtodorozhnaya St., Yakutsk, 677007, Russian Federation

The paper presents the results of research on the development of self-lubricating materials based on polymer blends. It has been established that the complex modification of polytetrafluoroethylene with ultradisperse polytetrafluoroethylene and magnesium spinel leads to an up to 50 times decrease in the rate of mass wear, with a certain decrease in the coefficient of friction. It is shown that the addition of mechanocomposites based on zeolite and UPTFE leads to an increase in strength and elongation at break of materials by 20–30 % compared to the initial polymer. It has been established that PKM possesses optimal properties, with the content of the combined filler obtained by the joint activation of the components at a mass ratio of zeolite: polymer filler = 2:1. Compared to composites containing only activated zeolite in an amount of 2 wt %, the developed composites with modified UPTFE zeolites at the same concentration 3 to 4 times excel in wear resistance.

Keywords: polymeric composite material, polytetrafluoroethylene, ultradisperse polytetrafluoroethylene, wear resistance, coefficient of friction, mechanocomposite, joint activation.

References

1. Ohlopkova A.A., Petrova P.N., Gogoleva O.V., Fedorov A.L. Fluoropolymer Composites of Tribotechnical Purpose. *Trenie i Iznos*, 2007, vol. 28, no. 6, pp. 627–633. (In Russian).
2. Okhlopkova A.A., Petrova P.N., Gogoleva O.V. Investigation of the triboengineering characteristics of nanocomposites based on polymeric blends. *Journal of Friction and Wear*, 2009, vol. 30, pp. 363–368. DOI: 10.3103/S1068366609050109.
3. Lipatov Yu.S. *Fiziko-khimicheskie osnovy napolneniya polimerov* [Physicochemical Foundations of Polymers Filling]. Moscow, Khimiya Publ., 1991. (In Russian).
4. Bryk M.T., Lipatova T.E. *Fiziko-khimija mnogokomponentnykh polimernykh system* [Physical Chemistry of Multicomponent Polymer Systems]. Naukova Dumka Publ., Kiev, 1986, 345 p. (In Russian).
5. Mashkov Yu.K., Ovchar Z.N., Baibaratskaya M.Yu., and Mamaev O.A. *Polimernye kompozitsionnye materialy v tribotekhnike* [Polymer Composition Materials in Triboengineering]. Moscow, Nedra-Biznestsentr Publ., 2004. (In Russian).
6. Ohlopkova A.A., Vinogradov A.V., Pinchuk L.S. *Plastiki, napolnennyye ul'tradispersnymi neorganicheskimi soedineniyami* [Plastics Filled with Ultrafine inorganic Compounds]. Gomel, Inst. Mekh. Metallopolim. Sist. Publ., 1999. (In Russian).

7. Argunova A.G., Petrova P.N., Okhlopko A.A., Shadrinov N.V., Gogoleva O.V. Ultrasonication-Induced Changes in Physicomechanical and Tribotechnical Properties of PTFE Composites. *Journal of the Korean Chemical Society*, 2015, vol. 59, no. 3. DOI: 10.5012/jkcs.2015.59.3.233.
8. Okhlopko A.A., Vasil'ev S.V., Petrova P.N., Gogoleva O.V. Frictional basalt-reinforced polymers based on polytetrafluoroethylene. *Russian Engineering Research*, 2016, vol. 36 (4), pp. 285–288. DOI: 10.3103/s1068798x16040134.
9. Belyi V.A., Sviridenok A.I., Petrokovets M.I., and Savkin V.G. *Trenie i iznos materialov na osnove polimerov [Friction and Wear of Polymer-Based Materials]*. Minsk, Nauka i Tekhnika Publ., 1976. (In Russian).
10. Gogoleva O.V. Development of machine-building tribotechnical materials based on polytetrafluoroethylene and natural zeolites from Yakut deposits. *Synopsis of Thesis*, Komsomolsk-na-Amure, 2009. (In Russian).
11. Petrova (Broshcheva) P.N. Development of machine-building tribotechnical materials based on polytetrafluoroethylene and natural zeolites from Yakut deposits. *Synopsis of Thesis*, Yakutsk, 2002. (In Russian).
12. Gogoleva O.V., Okhlopko A.A., Petrova P.N. Development of Self-Lubricating Antifric-tion Materials Based on Polytetrafluoroethylene and Modified Zeolites. *Journal of Friction and Wear*, 2014, vol. 35, no. 5, pp. 383–388. DOI: 10.3103/s1068366614050055.

Подана в журнал: 11.10.2018

УДК 621.891

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.184-190

РАЗРАБОТКА ТРИБОТЕХНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СМЕСЕЙ ФТОРОПЛАСТОВ

П. Н. Петрова^{а)}, О. В. Гоголева^{б)}

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт проблем нефти и газа СО РАН,
ул. Автодорожная, 20, Якутск, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-1859-8034>;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-5425-2295>  oli-gogoleva@yandex.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: oli-gogoleva@yandex.ru

Адрес для переписки: 677007, Якутск, ул. Автодорожная, 20, Российская Федерация

Тел.: +7 (4112) 35–79–16

В статье представлены результаты исследований по разработке самосмазывающихся материалов на основе смесей полимеров. Установлено, что комплексное модифицирование политетрафторэтилена ультрадисперсным политетрафторэтиленом и шпинелем магния приводит к снижению скорости массового изнашивания до 50 раз при некотором снижении коэффициента трения, а добавление механокомпозитов на основе цеолита и УПТФЭ – к повышению прочности и относительному удлинению при разрыве материалов на 20–30 % по сравнению с исходным полимером. Установлено, что оптимальными свойствами обладают ПКМ с содержанием комбинированного наполнителя, полученного совместной активацией компонентов при массовом соотношении цеолит/полимерный наполнитель равном 2:1. По сравнению с композитами, содержащими только активированный цеолит в количестве 2 мас. %, разработанные композиты с модифицированным УПТФЭ цеолитов в той же концентрации превосходят по износостойкости в 3–4 раза.

Ключевые слова: полимерный композиционный материал, политетрафторэтилен, ультрадисперсный политетрафторэтилен, износостойкость, коэффициент трения, механокомпозит, совместная активация.

1. Введение

Комплексное модифицирование полимеров неорганическими наполнителями в сочетании с органическими – одно из перспективных направлений в полимерном материаловедении. Введение в полимерную матрицу, содержащую полимерные или олигомерные добавки, неорганического модификатора позволяет решить проблему повышения адгезионной прочности на границе раздела фаз полимер-наполнитель [1, 2]. Введение дисперсного наполнителя в полимерные смеси приводит к образованию граничных слоев на поверхности раздела с наполнителем, однако эти граничные слои будут образованы всеми компонентами полимерной смеси. Совершенно очевидно, что свойства наполненной полимерной смеси будут определяться структурой и составом граничных слоев, энергией взаимодействия каждого из компонентов с поверхностью, а также распределением частиц наполнителя между двумя составляющими фазами и в межфазной области.

Таким образом, введение наполнителя в бинарную смесь приводит к образованию граничного слоя, отличающегося по составу от состава матрицы в объеме. Это изменение состава уже само по себе является одним из факторов, определяющих изменение совместности в бинарной системе при введении наполнителя. Возникают две области – вблизи границы раздела и не затронутая действием поверхности матрица, отличающиеся по составу и,

следовательно, по совместимости. Естественно, что преимущественное взаимодействие одного из компонентов с поверхностью наполнителя должно способствовать фазовому разделению в системе. Объединение граничащего с наполнителем слоя смеси одним из компонентов можно рассматривать как фазовое разделение в микрообъемах, прилегающих к твердой поверхности [3, 4].

Особенности полимер-полимерных систем заключается прежде всего в том, что адгезионные явления на границе раздела двух полимерных фаз существенно отличаются от явлений на границе полимер-твердое тело (с высокой поверхностной энергией). Полимеры-наполнители и полимерные среды (или связующие), как и все полимерные системы, характеризуются низкими значениями поверхностной энергии, и поэтому смачивание поверхности полимерного наполнителя полимерным связующим может быть неполным.

Политетрафторэтилен в исходном состоянии имеет низкий уровень тех или иных физико-механических свойств: прочности, жесткости, износостойкости и т. д. Поэтому их модифицируют введением различных наполнителей-модификаторов, создавая полимерные композиционные материалы с более высокими показателями эксплуатационных свойств [5–8].

2. Материалы и методика

Объектами исследования являются политетрафторэтилен (ПТФЭ) марки ПН-80 (ГОСТ 10007-80), ультрадисперсный политетрафторэтилен (УПТФЭ) (плотность 2140–2170 кг/м³, температура плавления кристаллов 270–290 °С). В качестве наполнителей были применены нанодисперсный шпинель магния (ШМ), полученная плазмохимическим синтезом (разработка Института химии твердого тела и механохимии СО РАН). Особенности использованного наполнителя – высокая дисперсность (размер частиц порядка 70–80 нм) и развитая удельная поверхность (170 м²/г); плотность 3580 кг/м³, температура плавления 2135 °С. Также в качестве наполнителя использована природная цеолитовая порода Кемпендяйского месторождения Республики Саха (Якутия). Цеолиты представляют собой алюмосиликаты общей формулы $Me_{2/n}O \times Al_2O_3 \times xSiO_2 \times yH_2O$, где Me – щелочной или щелочноземельный металл; n – степень его окисления.

Физико-механические характеристики – предел прочности при растяжении (σ_p) и относительное удлинение при разрыве (ϵ_p) определяли на испытательной машине «UTS-2» (Германия) по ГОСТ 11262-80 при температуре 23 ± 2 °С и относительной влажности 50 ± 5 %, скорость перемещения подвижных захватов – 100 ± 10 мм/мин. Количество образцов на одно испытание – 5. В качестве образцов использовали лопатки типа II.

Скорость массового изнашивания и коэффициент трения по стандартной методике (ГОСТ 11629 – 75) на серийной машине трения СМЦ-2. Использована схема трения вал – втулка (образец – втулка с внешним и внутренним диаметром 34 и 26 мм соответственно, высотой 20 мм, контртело – стальной вал из стали 45 с твердостью 45–50 HRS и шероховатостью $R = 0,06–0,08$ мкм) при удельном давлении 0,45 МПа, скорости скольжения 0,39 м/с; время испытания 3 ч. Втулки перед началом испытаний обрабатывали этиловым спиртом, взвешивали на аналитических весах, фиксировали значение массы втулки до и после трения. Скорость массового изнашивания находили по формуле:

$$I = \Delta m / t,$$

где $\Delta m = m_1 - m_2$, мг; m_1 – масса втулки до испытания, мг; m_2 – масса втулки после испытания, мг; t – время испытания, ч.

3. Обсуждение результатов исследований

Для улучшения деформационно-прочностных свойств ПТФЭ была проведена его модификация ультрадисперсным политетрафторэтиленом (УПТФЭ), который в чистом виде

характеризуется более высокими физико-механическими характеристиками. УПТФЭ вводили в различных концентрациях от 1 до 5 мас. % (табл. 1). Выбор такой концентрации УПТФЭ связан с тем, что при создании полимер-полимерных гибридных систем вводимый полимер может рассматриваться как наполнитель, а введение наполнителя в больших концентрациях нецелесообразно, вследствие падения прочностных показателей полимерных композиционных материалов (ПКМ).

Таблица 1 – Механические и триботехнические характеристики ПКМ на основе ПТФЭ+УПТФЭ и ПКМ на основе ПТФЭ+УПТФЭ, модифицированного нанопиной магния

Состав композита	Характеристики ПКМ				
	σ , МПа	ε , %	E , МПа	I , мг/час	f
ПТФЭ	20,0	320	–	78,0	0,15
ПТФЭ + 1–5 мас. % УПТФЭ	20–24	320–390	490–510	90,0–105,0	0,05–0,10
ПТФЭ + 1–3 мас. % УПТФЭ + 1 мас. % ШМ	17–19	320–450	520–670	8,6–11,1	0,06–0,15
ПТФЭ+1–3 мас. % УПТФЭ + 2 мас. % ШМ	18–19	315–400	520–680	1,6–2,2	0,10–0,15

Примечание: σ_p – предел прочности при растяжении; ε – относительное удлинение при разрыве; E – модуль упругости; I – скорость массового изнашивания; f – коэффициент трения.

Из приведенных данных следует, что модифицирование ПТФЭ малыми добавками УПТФЭ приводит к повышению прочности и относительного удлинения при разрыве на 20–30 %. Увеличение деформационно-прочностных характеристик можно объяснить тем, что частицы УПТФЭ, локализуясь в межструктурной области ПТФЭ, способствуют росту подвижности проходных цепей макромолекул в неупорядоченных зонах и повышению общей подвижности элементов надмолекулярных [6].

Однако при улучшении деформационно-прочностных характеристик полимерных смесей зарегистрировано снижение триботехнических показателей, что вполне закономерно и объясняется увеличением доли пластичного и более плавкого материала в композите [9].

Для увеличения износостойкости полимерную смесь исследованного состава модифицировали наночастицами шпинели магния. В ранее проведенных работах [6, 10] многочисленными экспериментами подтверждено, что введение нанопиной различных металлов в ПТФЭ приводит к существенному повышению износостойкости ПКМ – в 200–500 раз. Показано, что введение нанопиной магния в полимерную смесь приводит к увеличению модуля упругости композита (табл. 1), что свидетельствует о наличии прочной адгезионной связи между компонентами в гетерогенной системе. Зарегистрировано практическое сохранение деформационно-прочностных характеристик ПКМ на уровне исходного политетрафторэтилена, а по сравнению со свойствами полимерных смесей наблюдается некоторое снижение прочностных показателей. Можно предположить, что в последнем случае наночастицы создают дополнительные напряжения на границе раздела фаз.

Введение УПТФЭ сопровождается существенным снижением коэффициента трения, что может быть, с образованием трибохимической смазки на поверхностях трения (табл. 1). В работах [1, 9] показано, что трение ПТФЭ сопровождается реакциями окисления, деструкции, структурирования и др. процессами, приводящими к образованию на поверхности тре-

ния вторичных структур. Определяющую роль играют газообразные и низкомолекулярные продукты трибодеструкции, выступающие в качестве трибохимической смазки.

Введение наноструктурного наполнителя в полимерную смесь при сохранении высоких значений деформационно-прочностных характеристик привело к уменьшению скорости массового изнашивания полимерных композитов в 20–50 раз. Это можно объяснить тем, что в процессе трения вследствие сдвиговых деформаций, повышения температуры и давления локализованные в подповерхностных слоях частицы шпинели магния выносятся на поверхность трения и предохраняют материал от изнашивания. Увеличение содержания ШМ до 2 мас. % приводит к снижению скорости массового изнашивания в 40 раз по сравнению с исходным ПТФЭ и в 50 раз – по сравнению с полимерной смесью.

В работах [11, 12] доказана перспективность использования цеолитов в качестве наполнителей ПТФЭ. В связи с этим далее изучено влияние цеолита на свойства полимерной смеси ПТФЭ-УПТФЭ. Активированные в планетарной мельнице АГО-2 в течение 2 мин цеолиты далее подвергали совместной активации в различных массовых соотношениях и в различных концентрациях с УПТФЭ для их поверхностной модификации, улучшения диспергирования и предотвращения процессов агломерации в полимерной матрице. Активации цеолитов совместно с УПТФЭ должно привести к закреплению частиц полимера на поверхности цеолита, так как цеолиты обладают каркасно-пористой структурой и могут быть объемными носителями полимерных молекул, если размеры молекул или кинетических сегментов макромолекул соответствуют размерам пор цеолитов. Если учесть, что УПТФЭ содержит в своем составе низкомолекулярные фторуглероды, то вероятность их закрепления на поверхности цеолитов большая.

Результаты деформационно-прочностных и триботехнических исследований ПКМ на основе ПТФЭ и модифицированного УПТФЭ цеолита приведены в табл. 2. Установлено, что добавление механокомпозитов на основе цеолита и УПТФЭ приводит к повышению прочности и относительного удлинения при разрыве материалов на 20–30 % по сравнению с исходным полимером. По критерию повышения деформационно-прочностных и триботехнических характеристик ПКМ выявлена оптимальная концентрация модифицированного УПТФЭ цеолита, соответствующая 2 мас. %. Оптимальными свойствами обладают ПКМ с содержанием комбинированного наполнителя, полученного совместной активацией компонентов при массовом соотношении цеолит/полимерный наполнитель равном 2:1. По сравнению с композициями, содержащими только активированный цеолит в количестве 2 мас. %, разработанные композиты с модифицированным УПТФЭ цеолитов в той же концентрации превосходят по износостойкости в 3–4 раза.

Таблица 2 – Механические и триботехнические характеристики ПКМ на основе ПТФЭ и модифицированного УПТФЭ цеолита

Состав композита	Массовое соотношение цеолит: УПТФЭ	Характеристики ПКМ				
		σ , МПа	ε , %	E , МПа	I , мг/час	f
ПТФЭ	–	20,0	320	460–470	92,73	0,15
ПТФЭ+2 мас. % цеолита	–	22,0	350,0	500–510	2,15	0,28
ПТФЭ +5 мас. % (цеолит–УПТФЭ)	1:1	18,8	245,2	570–575	0,90	0,032
	2:1	19,9	250,5	610–620	0,10	0,164

С повышением концентрации модифицированного цеолита до 5 мас. % наблюдается снижение значений относительного удлинения при сохранении значений прочности на уровне композита с таким же содержанием только активированного цеолита. Введение мо-

модифицированного наполнителя также приводит к увеличению модуля упругости композита, что свидетельствует о наличии прочной адгезионной связи между компонентами в гетерогенной системе и повышении жесткости макромолекул при введении модифицированного цеолита.

4. Заключение

На основании комплексного изучения свойств доказана перспективность комплексного модифицирования политетрафторэтилена. Установлено, что при модификации полимерных смесей на основе ПТФЭ+УПТФЭ нанопшпнелю магнаия износостойкость увеличилась в 20–50 раз при сохранении повышенных значений деформационно-прочностных характеристик.

Разработана технология получения комплексных наполнителей, заключающаяся в совместной механоактивации цеолита с УПТФЭ на планетарной мельнице. Установлено, что добавление механокомпозитов на основе цеолита и УПТФЭ приводит к повышению прочности и относительного удлинения при растяжении материалов на 20–30 % по сравнению с исходным полимером. Установлено, что наибольшее снижение значений скорости массового изнашивания ПКМ с использованием комплексного наполнителя достигается в количестве 5 мас. % при массовом соотношении цеолит/УПТФЭ равном 2:1. С увеличением концентрации наполнителя повышается износостойкость до 900 раз по сравнению с исходным полимером.

Разработаны полимерные композиционные материалы с повышенным комплексом эксплуатационных показателей.

Литература

1. Фторполимерные композиты триботехнического назначения / А. А. Охлопкова, П. Н. Петрова, О. В. Гоголева, А. Л. Федоров // Трение и износ. – 2007. – Т. 28, № 6. – С. 627–633.
2. Okhlopkova A. A., Petrova P. N., Gogoleva O. V. Investigation of the triboengineering characteristics of nanocomposites based on polymeric blends // Journal of Friction and Wear. – 2009. – Vol. 30, № 5. – P.363–368. – DOI: 10.3103/S1068366609050109.
3. Липатов Ю. С. Физико-химические основы наполнения полимеров. – М. : Химия, 1991. – 260 с.
4. Брык М. Т., Липатова Т. Э. Физико-химия многокомпонентных полимерных систем. – Киев : Наукова думка, 1986. – 345 с.
5. Полимерные композиционные материалы в триботехнике / Ю. К. Машков, З. Н. Овчар, М. Ю. Байбарацкая, О. А. Мамаев. – М. : ООО «Недра-Бизнесцентр», 2004. – 262 с.
6. Охлопкова А. А., Виноградов А. В., Пинчук Л. С. Пластики, наполненные ультрадисперсными неорганическими соединениями. – Гомель : ИММС НАНБ, 1999. – 164 с.
7. Ultrasonication-Induced Changes in Physicomechanical and Tribotechnical Properties of PTFE Composites / A. G. Argunova, P. N. Petrova, A. A. Okhlopkova, N. V. Shadrinov, O. V. Gogoleva // Journal of the Korean Chemical Society. – 2015. – Vol. 59, no. 3. – DOI: 10.5012/jkcs.2015.59.3.233.
8. Frictional basalt-reinforced polymers based on polytetrafluoroethylene / A. A. Okhlopkova, S. V. Vasil'ev, P. N. Petrova, O. V. Gogoleva // Russian Engineering Research. – 2016. – Vol. 36 (4). – P. 285–288. – DOI: 10.3103/s1068798x16040134.
9. Трение и износ материалов на основе полимеров / В. А. Белый, А. И. Свириденко, М. И. Петроковец, В. Г. Савкин. – Минск : Наука и техника, 1976. – 432 с.
10. Гоголева О. В. Разработка триботехнических наноккомпозитов на основе сверхвысокомолекулярного полиэтилена, смесей фторопластов и шпнелей магнаия, меди, кобальта : автореф. дисс. канд. тех. наук : 05.02.01. – Комсомольск-на-Амуре, 2009. – 19 с.
11. Петрова (Брощева) П. Н. Разработка машиностроительных триботехнических материалов на основе политетрафторэтилена и природных цеолитов якутских месторождений : автореф. дисс. канд. тех. наук : 05.02.01. – Якутск, 2002. – 24с.
12. Gogoleva O. V., Okhlopkova A. A., Petrova P. N. Development of Self-Lubricating Anti-friction Materials Based on Polytetrafluoroethylene and Modified Zeolites // Journal of Friction and Wear – 2014. – Vol. 35, no. 5. – P. 383–388. – DOI: 10.3103/s1068366614050055.

Received: 26.04.2018

Revised: 15.10.2018

Accepted: 26.10.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.191-202

MODELING OF THE MULTI-LEVEL PROCESS OF DAMAGE ACCUMULATION IN A REFLECTOR SKELETON WITH AN INHOMOGENEOUS STRUCTURE

S. V. Doronin^{a)*} and Yu. F. Filippova^{b)}

*Institute of Computational Technologies, SB RAS, Krasnoyarsk Branch Office,
53 Mira Ave., 660049, Krasnoyarsk, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-5256-3871>  mr.svdoronin@yandex.ru;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-7452-2096>  filippovajf@ict.nsc.ru

*Corresponding author. E-mail: filippovajf@ict.nsc.ru

Address for correspondence: P.O. Box No. 25515, Krasnoyarsk, 660049, Russian Federation

Tel.: +7 (391) 227 72 96

An information-computing model for analyzing the damage and survivability of the joint assembly of a beam skeleton of a large parabolic antenna reflector is considered. The joint assembly integrates composite pipes and fittings by means of bolting and glue joints. The information-computing model is described by frames, that is, the structures of the data of the system components and relations between them. The model involves numerical analysis of damage and failure.

Keywords: reflector skeleton, joint assembly, bolted joint, adhesive layer, scenario, damage accumulation, survivability, information model.

References

1. Frolov K.V. Kudinov V.M., Makhutov N.A. *Applications of Mechanics to Technological Problems (Mechanical Engineering & Applied Mechanics)*, CRC Press, 1999, 410 p.
2. Case J., Chilver A.H., Ross C.T.F. *Strength of Materials and Structures*, 4th edition, Butterworth-Heinemann, 1999, 724 p.
3. Jenkins C.H.M. *Mechanics of materials: A Modern Integration of Mechanics and Materials in Structural Design*, Elsevier Academic Press, 2005, 408 p.
4. Parnes R. *Solid Mechanics in Engineering*, first edition, John Wiley & Sons, 2001, 748 p.
5. Popov E.P. *Engineering Mechanics of Solids*, second edition, Prentice Hall of India, 1998, 888 p.
6. Gol'denblat I.I. *Some Problems of the Mechanics of Deformable Media*, Noordhoff, 1962, 304 p.
7. Perelmuter A.V. On progressive failure calculations. *Vestnik MGSU*, 2008, no. 1, pp. 119–129. (In Russian).
8. Kolchunov, V.I., Klueva, N.V., Androsova, N.B., Bukhtiyarova, A.S. Zhivuchest zdaniy i sooruzheniy pri zaproyektnykh vozdeystviyakh [Survivability of buildings and structures beyond design actions]. Moscow, ASV Publ., 2014, 208 p. (In Russian).
9. Gordon V.A., Klyuyeva N.V., Poturayeva T.V., Bukhtiyarova A.S. Calculation of dynamic forces in structurally nonlinear elements of spatial rod systems under sudden structural changes. *Stroitel'naya Mekhanika i Raschet Sooruzheniy*, 2008, no. 6, pp. 26–30. (In Russian).
10. Makhutov N.A., Reznikov D.O., Petrov P.V. Assessment of survivability of complex technical systems. *Problemy Bezopasnosti i Chrezvychaynykh Situatsiy*, 2009, no. 3. pp. 47–66. (In Russian).
11. Bathe K.-J. *Finite element procedures*, Prentice-Hall, New Jersey, 1996, 1038 p.

12. Wriggers P. *Computational contact mechanics*, Berlin-Heldberg, Springer, 2006, 521 p.
13. Komarov G.V. PKM properties affecting their ability to connect. *Polimernyye materialy*, 2010, nos. 2–3, pp. 18–27. (In Russian).
14. Dveyrin A.Z., Krivenda S.P. Testing of laminated plastics for crushing. In: *Voprosy Proektirovaniya i Proizvodstva Konstruktsiy Letatelnykh Apparatov: sb. nauch. trudov. nats. aerokosm. un-ta im. N.E. Zhukovskogo «KhAI»*, 2011, no. 1 (65), pp. 20–28. (In Russian).
15. Semin M.I. *Raschety soyedineniy elementov konstruktsiy iz polimernykh materialov na prochnost i dolgovechnost* [Calculations of Joints of Structural Elements Made of Polymer Materials for Strength and Durability]. Moscow, MADI Publ., 2016, 92 p. (In Russian).

Подана в журнал: 26.04.2018

УДК 621.81 : 539.42

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.191-202

МОДЕЛИРОВАНИЕ МНОГОУРОВНЕВОГО ПРОЦЕССА НАКОПЛЕНИЯ ПОВРЕЖДЕНИЙ СТРУКТУРНО-НЕОДНОРОДНОГО КАРКАСА РЕФЛЕКТОРА

С. В. Доронин^{а)*}, Ю. Ф. Филиппова^{б)}

*Институт вычислительных технологий СО РАН, Красноярский филиал,
пр. Мира, 53, г. Красноярск, 660049, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-5256-3871>  mr.svdoronin@yandex.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-7452-2096>  filippovajf@ict.nsc.ru

*Ответственный автор. Электронная почта filippovajf@ict.nsc.ru

Адрес для переписки: 660049, а/я 25515, Красноярск, Российская Федерация

Тел.: +7 (391) 227-72-96

В работе рассматривается информационная и вычислительная модель анализа повреждений и живучести узла сочленения стержневого каркаса крупногабаритного рефлектора параболической зеркальной антенны. Узел сочленения представляет собой соединение композитных труб и фитингов посредством болтовых и клеевых соединений. Информационная и вычислительная модель описывается фреймами – структурами данных элементов системы и связей между ними и основана на использовании численного анализа повреждений и разрушений.

Ключевые слова: каркас рефлектора, узел сочленения, болтовое соединение, клеевой слой, сценарий, накопление повреждений, живучесть, информационная модель.

1. Введение

Классические подходы к инженерным расчетам структурно и геометрически сложных конструкций основаны на идее их декомпозиции. В этом случае конструкцию мысленно расчленяют на отдельные относительно простые части (узлы, детали), каждую из которых рассчитывают по отдельности, а влияние остальных частей учитывают комплексом механических взаимодействий. Развитие методов механики материалов, накопление экспериментальных данных о механических свойствах широкого спектра конструкционных материалов привело к тому, что инженерное проектирование обеспечено большим количеством выраженных в общем виде уравнений предельных состояний и вытекающих из них неравенств – условий прочности [1–6]. Эти условия представляют собой методическое и информационное обеспечение расчета отдельных частей, выделенных из конструкции в результате декомпозиции.

Точность результатов, полученных на основе такого подхода, неопределена. Для каждой конструкции различные варианты декомпозиции характеризуются собственным перечнем упрощений и допущений. Очевидна тенденция: по мере увеличения габаритов, геометрической и структурной сложности конструкций, усложнения их взаимодействия с системным окружением точность расчетов, основанных на декомпозиции конструкций, в общем случае снижается. Кроме того, применение указанных условий прочности часто связано с затруднениями определения входящих в неравенства величин и параметров.

Развитие методов математического и вычислительного моделирования, численных методов анализа (преимущественно методов конечных элементов), программных и аппаратных средств вычислительной техники открыло принципиальную возможность выполнять расчет достаточно сложных конструкций как единого целого. Это способствовало суще-

ственному прогрессу инженерных расчетов на стадии проектирования конструкций, повышению их качественных характеристик.

Однако остаются слабо изученными вопросы прогнозирования поведения конструкций на стадии эксплуатации, характеризующейся возникновением, накоплением, развитием повреждений отдельных конструктивных элементов и сборки в целом. С одной стороны, проверка условий прочности для отдельных деталей и элементов конструкций не позволяет судить о поведении конструкции при нарушении одного или нескольких условий прочности, ее способности сохранять ограниченную во времени или по условиям нагружения работоспособность. С другой, – не вполне проработаны методические вопросы моделирования повреждаемых конструкций. Исследования в этой области носят преимущественно академический или объектно-ориентированный характер [7–10] и в малой степени могут быть применены к решению инженерных задач для произвольных конструкций.

В связи с этим актуальна разработка методического обеспечения анализа живучести конструкций, повреждения которых развиваются во временной последовательности и причинно-следственной зависимости. Она осуществляется на базе междисциплинарного подхода, объединяющего методы механики материалов, вычислительной математики и механики, системного анализа, инженерии знаний, и ориентирована на предметную область конструкторско-технологической информатики и использование в технологиях информационной поддержки жизненного цикла. Апробация подходов выполнена для узла сочленения стержневого каркаса крупногабаритного рефлектора параболической зеркальной антенны.

2. Постановка задачи и методы решения

Объектом исследования является крупногабаритный прецизионный рефлектор зеркальной антенны наземных систем спутниковой связи Q/K_a -частотного диапазона (рис. 1). Диаметр рефлектора составляет 12 м. Каркас представляет собой пространственную стержневую конструкцию (рис. 2). Стержни представлены трубами квадратного поперечного сечения 60×60 мм. Используется два варианта толщины стенки труб: на периферии – 1,4 мм, в области ступицы – 2,8 мм. Соединение труб осуществляется с использованием фитингов (толщина стенки 2,8 мм) посредством болтовых и клеевого соединений.

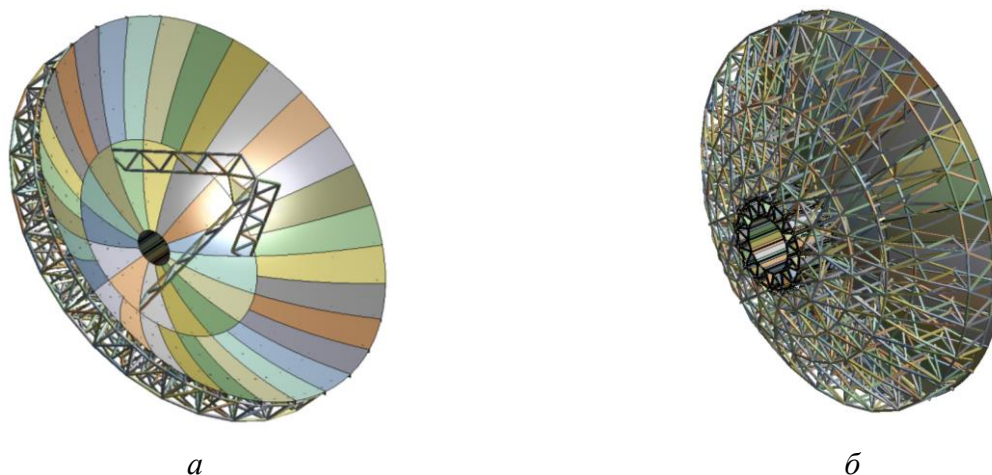


Рис. 1. Общий вид рефлектора

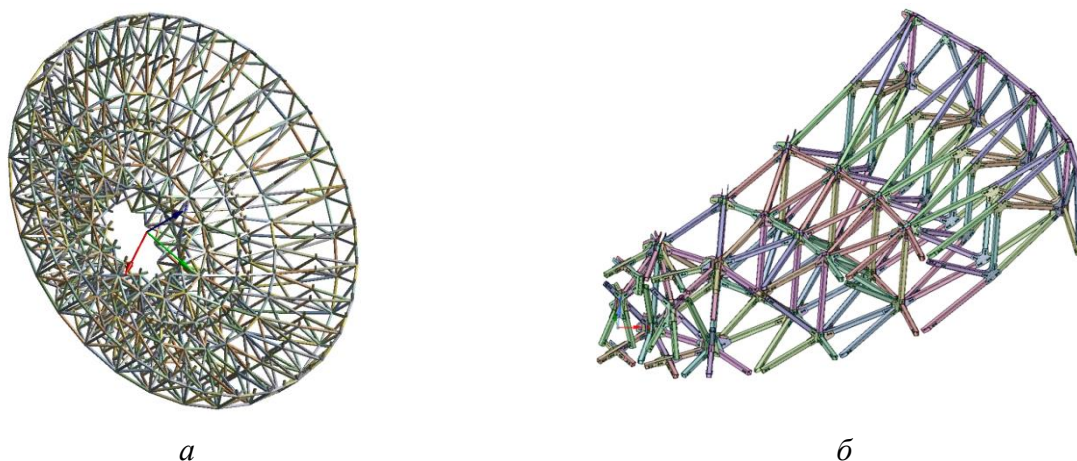


Рис. 2. Строение каркаса рефлектора

Каркас характеризуется высокой степенью структурной неоднородности, обусловленной тем, что

- используются трубы различной длины и различного поперечного сечения;
- узлы сочленения стержней имеют различное конструктивное оформление в зависимости от количества входящих в узел стержней (рис. 3);
- используются различные варианты однонаправленных и тканых композитов, описываемых моделями ортотропных материалов;
- используются композиты и стальные детали – неоднородность вследствие существенно различной жесткости;
- присутствует трение, преднапряжение болтов, клеевое соединение – неоднородность физико-технических процессов в соединениях деталей.

Наличие указанных неоднородностей является определяющим фактором в выстраивании технологии анализа повреждаемости каркаса рефлектора, разработки его информационного и методического обеспечения.

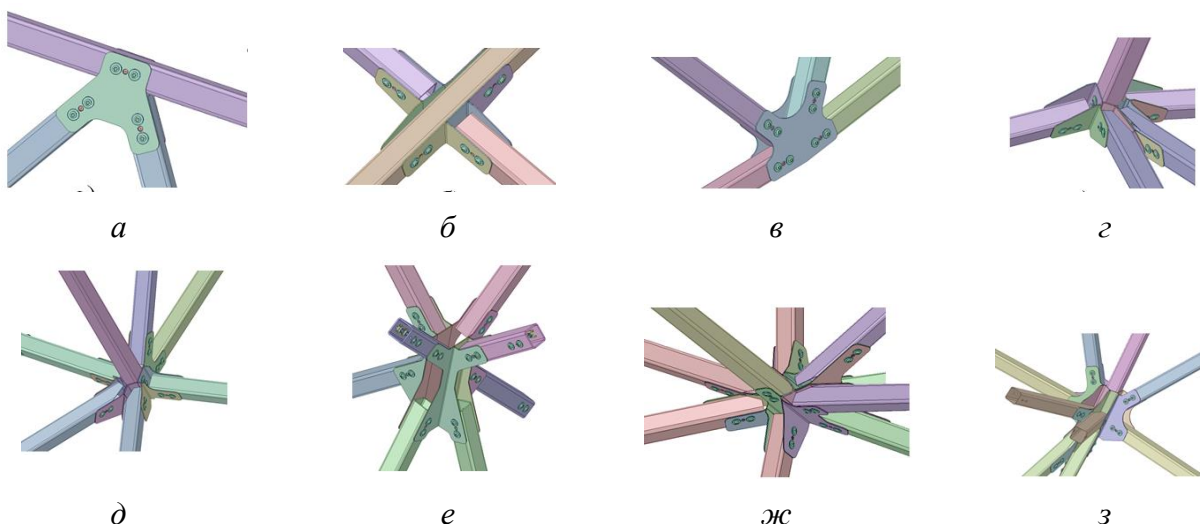


Рис. 3. Варианты узлов сочленения стержней каркаса с использованием фитингов:

- а, б* – 3 стержня; *в* – 4 стержня; *г* – 5 стержней; *д* – 7 стержней;
е – 8 стержней; *ж, з* – 9 стержней

Цель исследования – разработка и апробация информационно-вычислительной технологии моделирования развития и накопления повреждений каркаса рефлектора в их временной и причинно-следственной взаимосвязи и взаимообусловленности.

Для достижения этой цели сформулированы следующие задачи:

- 1) выстраивание процедуры построения структурной и информационной моделей конструкций;
- 2) обоснование методического подхода к построению информационной модели живучести, учитывающей структурные взаимодействия элементов конструкции, взаимосвязь и взаимообусловленность процессов накопления повреждений;
- 3) разработка и апробация человеко-машинной процедуры анализа живучести повреждаемой конструкции.

Процедура построения структурной и информационной моделей конструкции заключается в анализе совместной работы элементов конструкции и их системных взаимосвязей при работе, как в штатном, так и в поврежденном состоянии. Для конкретизации рассмотрим элементарный, повторяющийся фрагмент узла сочленения стержней каркаса. Он включает трубу и фитинг из полимерных композиционных материалов различной структуры, стальные обойму, болты и гайки (рис. 4). Несмотря на небольшое число конструктивных элементов, объединение их в систему осуществляется с помощью разнородных физико-технических связей: резьбовых и клеевых соединений, фрикционных взаимодействий. Это формирует высокую степень структурной неоднородности конструкции.

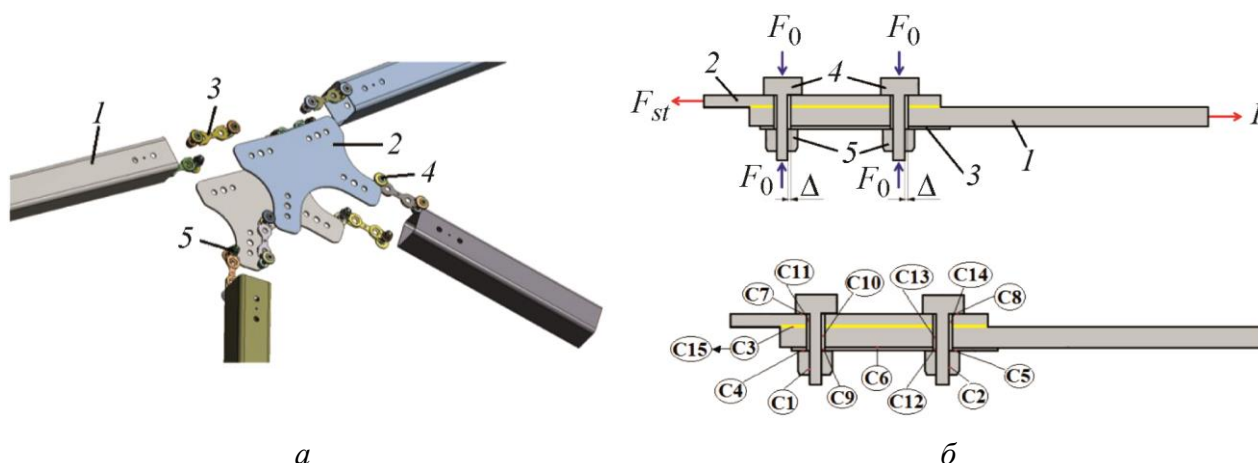


Рис. 4. Структурная схема (модель) узла сочленения трубы с фитингом (рис. 3 в):
1 – труба; 2 – фитинг; 3 – обойма; 4 – болт; 5 – гайка; C1, C2 – резьбовые соединения;
C3 – клеевое соединение; C4–C15 – фрикционные взаимодействия; Δ – зазор

Информационная модель структуры и конструкционной прочности узла включает два компонента: 1 – информационные модели элементов конструкции и их связей; 2 – общие формулировки всех условий прочности, определяющих конструкционную целостность узла.

Свойства поименованных элементов и связей описываются фреймами – структурами данных, однозначно идентифицирующими объект. Совокупность элементов конструкции, их связей и фрейм-описаний характеристик представляет собой информационную модель конструкции (рис. 5).

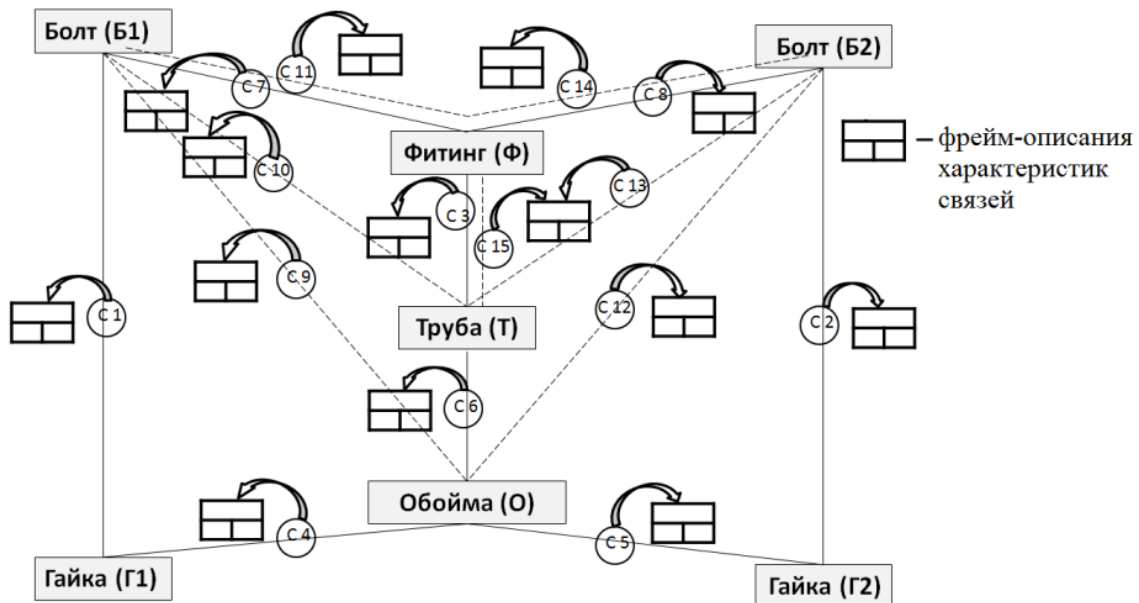


Рис. 5. Информационная модель узла соединения трубы с фитингом

Формулировки условий прочности, определяющих конструкционную целостность узла, представлены в табл. 1.

Таблица 1 – Условия прочности

Предельное состояние	Формулировки условий прочности
Смятие деталей преднатяженными болтами	$\frac{F_0}{A^{bf}} < \sigma^f$, $\frac{F_0}{A^{sn}} < \sigma^s$, $\frac{F_0}{A^{sp}} < \sigma^p$, где F_0 – усилие затяжки болта; A^{bf} , A^{sn} , A^{sp} – соответственно площади контактного взаимодействия головки болта и фитинга, обоймы и гайки, обоймы и трубы; σ^f , σ^s , σ^p – соответственно прочность на смятие фитинга, обоймы, трубы.
Ослабление затяжки болтов	$F_0^{real} = F_0^{calc}$, где F_0^{real} , F_0^{calc} – соответственно фактическое и расчетное (проектное) усилие затяжки болта.
Разрушение клеевого слоя	$\sigma_{glue} < \sigma_{glue_{cr}}$, где σ_{glue} – эквивалентные напряжения в клеевом слое; $\sigma_{glue_{cr}}$ – прочность клеевого слоя.
Нарушение плотности соединения	$F_{st} < F_{fr}^p$, где F_{st} – растягивающая сила в стержне каркаса; F_{fr}^p – сила трения между фитингом и трубой, стянутых преднатяженными болтами.
Разрушение обоймы	$\sigma^s < \sigma_b^s$, где σ^s – максимальные эквивалентные напряжения в обойме; σ_b^s – временное сопротивление разрушению материала обоймы.
Разрушение фитинга	$\sigma^f < \sigma_b^f$, где σ^f – максимальные эквивалентные напряжения в фитинге; σ_b^f – временное сопротивление разрушению материала фитинга.
Разрушение трубы	$\sigma^p < \sigma_b^p$, где σ^p – максимальные эквивалентные напряжения в трубе; σ_b^p – временное сопротивление разрушению материала трубы.
Срез болтов	$\tau^b < \tau_{cut}^b$, где τ^b – максимальное касательное напряжение в сечении болта; τ_{cut}^b – предел прочности материала болта на срез.

Нарушения рассматриваемых условий прочности происходит в различные периоды времени в течение жизненного цикла. Принципиально важно рассматривать эти нарушения как взаимосвязанные события и процессы.

Методический подход к построению информационной модели живучести, учитывающей структурные взаимодействия элементов конструкции, взаимосвязь и взаимообусловленность процессов накопления повреждений, обосновывается следующим образом. Многоуровневый процесс накопления повреждений рассматривается как информационный процесс и описывается семантической сетью каузального типа. Семантическая сеть представляет собой ориентированный граф, где вершины представляют собой понятия предметной области (в данном случае повреждения как состояния, ассоциированные с той или иной неоднородностью), а дуги – отношения между вершинами. В данном случае имеем дело с отношениями причинности. Построенная таким образом семантическая сеть представляет собой сценарий развития повреждений, связанных с теми или иными неоднородностями, вплоть до потери конструкционной целостности. Многоуровневость процесса повреждений характеризуется количеством дуг, связывающих одновременно протекающие процессы развития повреждений. Сами же отношения причинности не обязательно имеют смысл детерминированной обусловленности, а могут отражать различную степень причинной обусловленности. Рассматриваемая информационная модель соответствует пониманию многоуровневого процесса накопления повреждений как системы, в которой существует взаимовлияние и взаимообусловленность развития отдельных повреждений.

Таким образом, информационная модель живучести представляет собой семантическую сеть каузального типа, являющуюся сценарием многоуровневого процесса накопления повреждений (рис. 6). С вершинами графа, описывающими повреждения, ассоциируются конструктивные элементы, в которых эти повреждения локализованы.

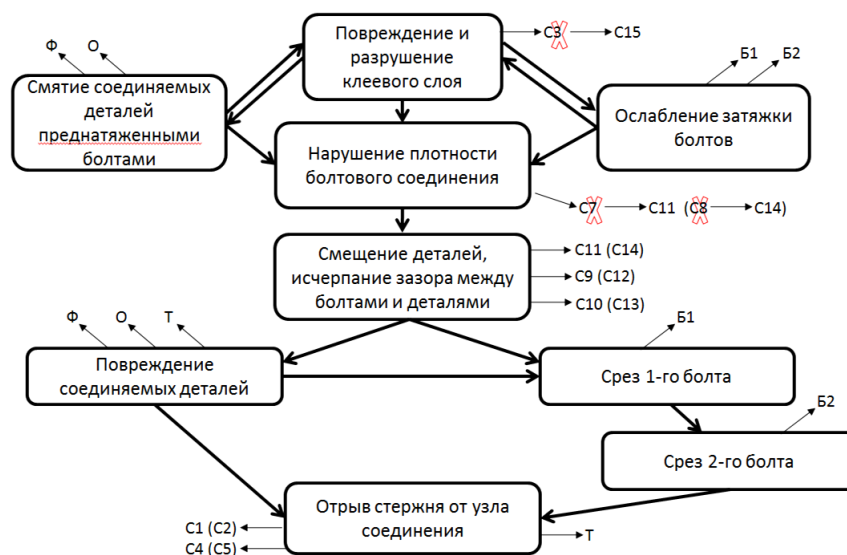


Рис. 6. Информационная модель живучести узла сочленения

Необходимость разработки и апробации человеко-машинной процедуры анализа живучести повреждаемой конструкции обусловлена тем, что реализация всей цепочки взаимосвязанных повреждений предполагает использование неформальных процедур перестройки модели и расчетной схемы.

Применительно к рассматриваемой конструкции вычислительная модель неповрежденной конструкции включает базовые разрешающие уравнения и алгоритм метода конечных элементов в перемещениях [11], а также нелинейные процедуры решения трехмерной контактной задачи теории упругости с переменной зоной контакта с трением [12]. Формули-

ровка численной (конечно-элементной) модели узла сочленения включает два шага нагружения. На первом шаге задается предварительное натяжение болтов и определяется начальное (собственное) напряженное состояние механической системы. На втором реализуется итерационный алгоритм решения нелинейной контактной задачи.

Численная модель разработана для узла сочленения со следующими физико-техническими параметрами (рис. 7). Свойства материалов: гайка, болт, обойма – углеродистая сталь с модулем Юнга $E = 210000$ МПа, коэффициент Пуассона $\nu = 0,3$; фитинг – тканый полимерный композит: $E_x = E_y = 60500$ МПа; $E_z = 6900$ МПа; $\nu_{xy} = 0,03$; $\nu_{yz} = \nu_{xz} = 0,3$; $G_{xy} = 19500$ МПа; $G_{yz} = G_{xz} = 2700$ МПа; труба – однонаправленный полимерный композит: $E_x = 60900$ МПа; $E_y = 27000$ МПа; $E_z = 15000$ МПа; $\nu_{xy} = 0,07$; $\nu_{yz} = 0,4$; $\nu_{xz} = 0,27$; $G_{xy} = G_{xz} = 4700$ МПа; $G_{yz} = 3100$ МПа; коэффициент трения = 0,15.

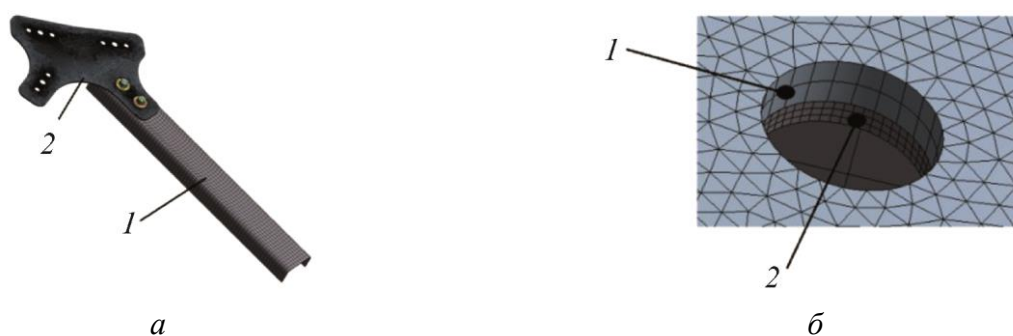


Рис. 7. Конечно-элементная модель: 1 – труба; 2 – фитинг

Рассмотрим далее примеры результатов, полученных при практической работе с информационной моделью живучести.

3. Результаты и обсуждение

В неповрежденном узле труба и фитинг соединяются как клеевым слоем, так и парой преднатяженных болтов. Излишнее усилие затяжки может привести как к смятию соединяемых деталей, так и инициировать растрескивание клеевого слоя с последующим его разрушением при знакопеременном нагружении. В результате серии конечно-элементных расчетов с варьированием усилия затяжки болтов построены зависимости максимумов эквивалентных напряжений в отдельных структурных элементах от усилия затяжки болтов, аппроксимированные линейными уравнениями (рис. 8). Кроме того, получена зависимость максимальных напряжений в клеевом слое от преднатяженных болтов. Она аппроксимируется уравнением $\sigma_{glue} = 0,0006 \cdot F_0$.

Таким образом, на этом шаге установлено, что прежде всего смятие может возникнуть в трубе, именно с этого структурного элемента инициируется развитие повреждений.

Находясь в условиях неопределенности относительно прочности композитного материала на смятие, сформируем по литературным данным интервал возможных значений предела прочности на смятие для аналогичных материалов. Этот интервал составляет [159...600] МПа [13–15]. Примем для дальнейших рассуждений минимальное значение – $\sigma^p = 159$ МПа. Прочность клеевого слоя по экспериментальным данным составляет $\sigma_{glue_{cr}} = 12$ МПа. Подставляя значения прочностных характеристик композита и клеевого слоя в полученные на предыдущем шаге уравнения $159 = 0,0219 \cdot F_0$; $12 = 0,0006 \cdot F_0$, получим значения $F_{01} = 7294$ Н; $F_{02} = 20000$ Н, при превышении которых, соответственно, инициируются процессы смятия трубы и разрушения клеевого слоя в области преднатяженных болтов (рис. 9, зона б).

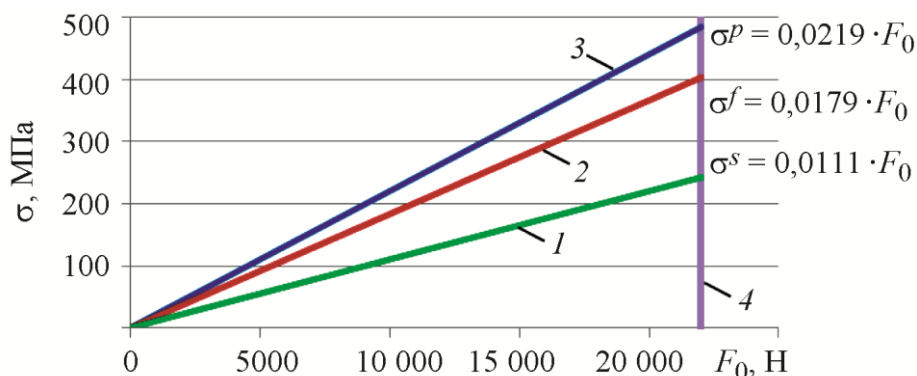


Рис. 8. Зависимость эквивалентных напряжений в структурных элементах от усилия затяжки болта: 1 – обойма; 2 – фитинг; 3 – труба; 4 – минимальное разрушающее усилие болта по ГОСТ Р 52627-2006 (ИСО 898-1:1999)

Таким образом, на этом шаге определены условия:

$$F_0 < F_{01}; \quad (1)$$

$$F_0 < F_{02}, \quad (2)$$

нарушение которых является триггерами сценария развития повреждений, т. е. событиями, изменяющими состояние системы таким образом, что инициируются те или иные цепочки семантической сети-информационной модели живучести.

При совместном действии усилия затяжки болтов F_0 и растягивающей силы F_{st} опасности повреждения клеевого слоя зависят от соотношения F_0 и F_{st} . Установлено, что при значении растягивающей силы $F_{st} \geq 5400$ Н вне зависимости от усилия затяжки возникают условия дополнительного повреждения клеевого слоя по его краям (рис. 9, зона в), т. е. в области кромок соединяемых деталей (рис. 10): $12 = 4e - 7 \cdot F_{st}^2 + 0,0002 \cdot F_{st}$. Таким образом, определено еще одно неравенство:

$$F_{st} < 5400 \text{ Н}, \quad (3)$$

нарушение которого является триггером сценария развития повреждений.

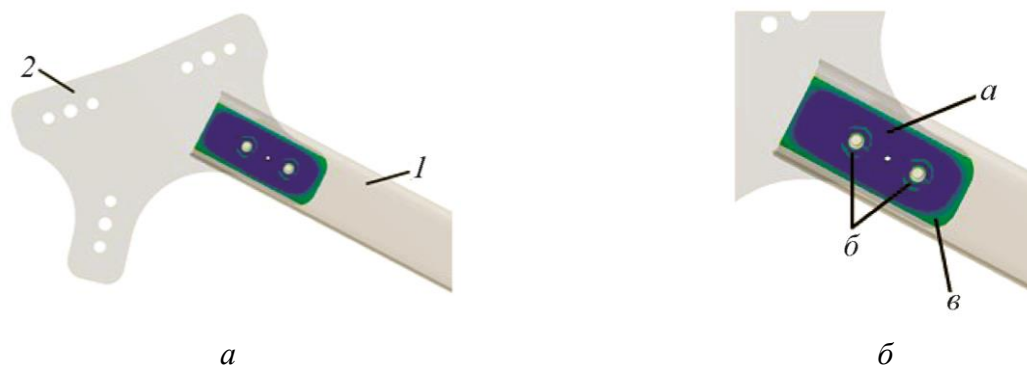


Рис. 9. Зоны повреждения клеевого слоя: 1 – труба; 2 – фитинг; а – клеевой слой; б – зона повреждения клеевого слоя преднатяженными болтами; в – зона повреждения клеевого слоя растягивающей силой

Рассмотрение условий (1)–(3) с учетом возможности их совместного осуществления приводит к пяти вариантам поврежденного состояния узла сочленения (табл. 2; рис. 9). Один

из этих вариантов или ослабление затяжки болтов в соответствии с рис. 6 в конечном итоге приведет к нарушению плотности болтового соединения.

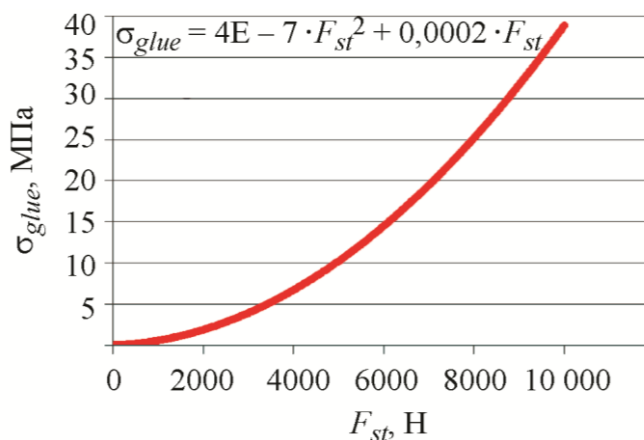


Рис. 10. Зависимость напряжений по краям клеевого слоя (рис. 9, зона в) от величины растягивающей силы

Таблица 2 – Варианты поврежденных состояний узла сочленения

№	Развитие повреждений	Выполнение условий		
		(1)	(2)	(3)
1	Смятие трубы, клеевой слой неповрежден	Нет	Да	Да
2	Повреждение клеевого слоя по его краям	Да	Да	Нет
3	Смятие трубы и повреждение клеевого слоя преднатяженными болтами	Нет	Нет	Да
4	Смятие трубы и повреждение клеевого слоя по его краям	Нет	Да	Нет
5	Смятие трубы и повреждение клеевого слоя преднатяженными болтами и повреждение клеевого слоя по его краям	Нет	Нет	Нет

Дальнейший шаг анализа (реализация состояния «смещение деталей, исчерпание зазора между болтами и деталями» в информационной модели живучести на рис. 6) требует трансформации трехмерной геометрии модели, заключающейся в смещении трубы и фитинга в противоположные стороны относительно болтов на величину зазора. Далее выполняются вычислительные процедуры в соответствии с рис. 6 до полной потери конструкционной целостности узла.

4. Заключение

Предложен и апробирован междисциплинарный методический подход к построению и анализу живучести структурно-сложных и структурно-неоднородных конструкций. Он заключается в разработке и использовании структурной и информационной моделей конструкции, на основе которых разрабатывается информационная модель живучести – сценарий многоуровневого процесса накопления повреждений. Исследование модели живучести с использованием аналитических, численных, экспертных методов позволяет описать все возможные состояния конструкции в течение жизненного цикла с последующей оценкой соответствующих рисков.

Апробация подходов на примере узла сочленения стержней каркаса крупногабаритного прецизионного рефлектора зеркальной антенны позволила установить критические значения внутренних и внешних воздействий (усилия преднапряжения болтов и растягивающих усилий в стержнях каркаса), соответствующие реализации разных вариантов развития повреждений.

Литература

1. Frolov K. V. Kudinov V. M., Makhutov N. A. *Applications of Mechanics to Technological Problems (Mechanical Engineering & Applied Mechanics)*. – CRC Press, 1999. – 410 p.
2. Case J., Chilver A. H., Ross C. T. F. *Strength of Materials and Structures* / 4th edition. – Butterworth-Heinemann, 1999. – P. 724.
3. Jenkins C. H. M. *Mechanics of materials. A Modern Integration of Mechanics and Materials in Structural Design*. – Elsevier Academic Press, 2005. – 408 p.
4. Parnes R. *Solid Mechanics in Engineering* / first edition. – John Wiley & Sons, 2001. – 748 p.
5. Popov E. P. *Engineering Mechanics of Solids* / second edition. – Prentice Hall of India, 1998. – 888 p.
6. Gol'denblat I. I. *Some Problems of the Mechanics of Deformable Media*, Noordhoff, 1962. – 304 p.
7. Перельмутер А. В. О расчетах на прогрессирующее обрушение // Вестник МГСУ. – 2008. – № 1. – С. 119–129.
8. Живучесть зданий и сооружений при запроектных воздействиях / В. И. Колчунов, Н. В. Ключева, Н. Б. Андросова, А. С. Бухтиярова. – М. : Издательство АСВ, 2014. – 208 с.
9. Расчет динамических усилий в конструктивно-нелинейных элементах стержневых пространственных систем при внезапных структурных изменениях / В. А. Гордон, Н. В. Ключева, Т. В. Потураева, А. С. Бухтиярова // Строительная механика и расчет сооружений. – 2008. – № 6. – С. 26–30.
10. Махутов Н. А., Петров В. П., Резников Д. О. Оценка живучести сложных технических систем // Проблемы безопасности и чрезвычайных ситуаций. – 2009. – № 3. – С. 47–66.
11. Bathe K.-J. *Finite element procedures*. – New Jersey : Prentice-Hall, 1996. – 1038 p.
12. Wriggers P. *Computational contact mechanics*. – Berlin-Heldberg : Springer, 2006. – 521 p.
13. Комаров Г. В. Свойства ПКМ, влияющие на их способность соединяться // Полимерные материалы. – 2010. – № 2–3. – С.18–27.
14. Двейрин А. З., Кривенда С. П. Испытание на смятие слоистых пластиков // Вопросы проектирования и производства конструкций летательных аппаратов: сб. науч. трудов. Нац. аэрокосм. ун-та им. Н.Е. Жуковского «ХАИ». – 2011. – Вып. 1 (65). – С. 20–28.
15. Семин М. И. Расчеты соединений элементов конструкций из полимерных материалов на прочность и долговечность: монография. – М. : МАДИ, 2016. – 92 с.

Received: 12.11.2018
Revised: 28.11.2018
Accepted: 30.11.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.203-213

THE STRUCTURE OF MgB_2 CERAMICS SYNTHESIZED UNDER QUASI-HYDROSTATIC PRESSING

E. I. Kuznetsova^{a)*}, M. V. Degtyarev^{b)}, T. P. Krinitsina^{c)}, and Yu. V. Blinova^{d)}

*M. N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russian Federation*

- a)  <https://orcid.org/0000-0002-1530-6091>  monocrist@imp.uran.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0001-8482-4928>  degtyarev@imp.uran.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0003-1029-0737>  krinitsina@imp.uran.ru;
d)  <https://orcid.org/0000-0003-2642-2589>  jml@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: monocrist@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russian Federation

The paper deals with the issues of compaction and the formation of the structure of the MgB_2 compound obtained under the conditions of all-around compression in a Toroid chamber (quasi-hydrostatic pressing), due to which the product has almost the same density throughout the volume. It is shown that the densest finely dispersed ceramics with a grain size of ~ 100 nm can be obtained from the synthesized MgB_2 compound by quasi-hydrostatic pressing ($P = 4\text{--}5$ GPa) at room temperature followed by reductive annealing. Deformation and annealing combined made it possible to obtain ceramics with a density of 2.4 g/cm^3 and a critical current density of $6.7 \times 10^4 \text{ A/cm}^2$ (at 30 K).

Keywords: MgB_2 ceramics, quasi-hydrostatic pressure, Toroid chamber.

Acknowledgment

The research was performed on the equipment of the Testing Center of Nanotechnology and Advanced Materials collective use center of IPM UB RAS.

We are grateful to A. V. Pashev for deforming the samples.

The work was performed within the state assignment on the subject of Pressure (No. AAAA-A18-118020190104-3) and supported by UB RAS project No. 18-10-2-24.

References

1. Takano Y., Takeya H., Fujii H., Kumakura H., Hatano T., Togano K., Kito H., Ihara H. Superconducting properties of MgB_2 bulk materials prepared by high-pressure sintering. *Appl. Phys. Lett.*, 2001, vol. 78, no. 19, pp. 2914–2916. DOI: 10.1063/1.1371239.
2. Jung C.U., Park M.S., Kang W.N., Kim M.S., Kim K.H., Lee S.Y., Lee S.I. Effect of sintering temperature under high pressure on the superconductivity of MgB_2 . *Appl. Phys. Lett.*, 2001, vol. 78, no. 26, pp. 4157. DOI: 10.1063/1.1382632.
3. Yu R.C., Li S.C., Wang Y.Q., Kong X., Zhu J.L., Li F.Y., Liu Z.X., Duan X.F., Zhang Z., Jin C.Q. EELS studies of MgB_2 superconductor obtained under high pressure. *Physica C*, 2001, vol. 363, no. 3, pp. 184–188.

4. Jin S.Q., Li S.C., Zhu J.L., Li F.Y., Liu Z.Y., Yu R.S. High Critical Current Density of MgB_2 Bulk Superconductor High-pressure Synthesized Directly from the Elements. *J. of Materials Research*, 2002, vol. 17, no. 3, pp. 525–527.
5. Kuznetsova E.I., Krinitsina T.P., Sudareva S.V., Blinova Yu.V., Degtyarev M.V., Akshentsev Yu.N. Mechanisms of Cold Deformation under High Pressure of Superconductive MgB_2 Ceramics. *Physics of Metals and Metallography*, 2018, vol. 119, no. 8, pp. 802–809. DOI: 10.1134/S0031918X18080070.
6. Degtyarev M.V., Pilyugin V.P., Akshentsev Y.N., Kuznetsova E.I., Krinitsina T.P., Blinova Y.V., Sudareva S.V., Romanov E.P. Influence of high-pressure deformation and annealing on the structure and properties of a bulk MgB_2 superconductor. *Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 8, pp. 772–782. DOI: 10.1134/S0031918X16080032.
7. Liao X.Z., Serquis A., Zhu Y.T., Huang J.Y., Civale L., Peterson D.E., Mueller F.M., Xu H.F. $\text{Mg}(\text{B}; \text{O})$ precipitation in MgB_2 . *J. Appl. Phys.*, 2003, vol. 93, pp. 6208–6215.
8. Wenzel T., Nickel K.G., Glaser J., Meyer H.J., Eyidi D., Eibl O. Electron probe microanalysis of Mg-B compounds: stoichiometry and heterogeneity of superconductors. *Phys. Stat. Sol. (a)*, 2003, vol. 198, pp. 374–386. DOI 10.1002/pssa.200306625.
9. Eyidi D., Eibl O., Wenzel T., Nickel K.G., Schlachter S.I., Goldacker W. Superconducting properties, microstructure and chemical composition of MgB_2 sheathed materials. *Supercond. Sci. Technol.*, 2003, vol. 16, pp. 778–788.
10. Kuznetsova E.I., Krinitsina T.P., Degtyarev M.V., Blinova Yu.V. Structure of magnesium diboride after cold deformation and low-temperature recovery anneal. *Physics of Metals and Metallography*, 2018, vol. 119, no. 12. In print.

Подана в журнал: 12.11.2018
УДК 669.721'781:620.186.5
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.203-213

СТРУКТУРА КЕРАМИКИ СОЕДИНЕНИЯ MgB_2 , ПОЛУЧЕННОЙ В УСЛОВИЯХ КВАЗИГИДРОСТАТИЧЕСКОГО ПРЕССОВАНИЯ

Е. И. Кузнецова^{а)*}, М. В. Дегтярев^{б)}, Т. П. Криницина^{в)}, Ю. В. Блинова^{г)}

*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН,
ул. С. Ковалевской, 18, 620108, г. Екатеринбург, Российская Федерация*

- ^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-1530-6091>  monocrist@imp.uran.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-8482-4928>  degtyarev@imp.uran.ru;
^{в)}  <https://orcid.org/0000-0003-1029-0737>  krinitsina@imp.uran.ru;
^{г)}  <https://orcid.org/0000-0003-2642-2589>  jml@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: monocrist@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Российская Федерация

В статье рассмотрены вопросы уплотнения и формирования структуры соединения MgB_2 , полученного в условиях всестороннего обжатия в камере «Тороид» (квазигидростатическое прессование), благодаря которому изделие имеет почти одинаковую плотность по всему объему. Установлено, что наиболее плотную мелкодисперсную керамику с размером зерна ~ 100 нм можно получить квазигидростатическим прессованием ($P = 4\text{--}5$ ГПа) при комнатной температуре синтезированного соединения MgB_2 с последующим восстановительным отжигом. Сочетание деформационного воздействия с отжигом позволило получить керамику плотностью $2,4 \text{ г/см}^3$ с критической плотностью тока $6,7 \times 10^4 \text{ А/см}^2$ (при 30 К).

Ключевые слова: керамика MgB_2 , квазигидростатическое прессование, камера «Тороид».

1. Введение

При получении соединения MgB_2 внимание исследователей сосредоточено в основном на улучшении свойств материала и оптимизации процессов изготовления. Существуют разные методы, позволяющие получить поликристаллическую керамику сверхпроводника MgB_2 без применения высокого давления. Однако ни один из них не является достаточно эффективным для получения массивного образца MgB_2 с высокой плотностью. Многочисленные исследования показали, что несмотря на практические трудности использование высоких давлений и повышенных температур приводит к хорошим результатам при синтезе керамики MgB_2 [1–4]. Несколько реже используется применение высоких давлений в качестве дополнительной обработки соединения, например, в [5] разработана методика получения керамики MgB_2 , включающая две стадии одноосной деформации с последующим отжигом после каждой деформации. Отмечается, что такая обработка приводит к повышению химической однородности образца по Mg, B и O, а высокая плотность, определяющая качество сверхпроводника, предполагает, что таким образом может быть повышена и плотность критического тока этого соединения.

Процесс уплотнения порошковых прекурсоров также имеет очень важное значение для получения сверхпроводников с оптимальными структурно-чувствительными свойствами. Используются различные технологии, которым подвергаются порошковые прекурсоры для получения плотных компактных заготовок, например, холодное одноосное и изостатическое прессование, горячее изостатическое прессование. Конечная цель указанных технологий – получить в результате синтеза хорошо связанную мелкодисперсную структуру соединения MgB_2 .

В настоящей работе разными структурными методами была исследована синтезированная керамика MgB_2 , подвергнутая деформации при комнатной температуре и с нагревом под квазигидростатическим давлением в камере «Тороид», рассмотрено влияние последующего высокотемпературного (950 °C) и низкотемпературного (750 °C) отжига на структуру и фазовый состав, а также влияние предварительного обжата компактированной таблетки из смеси порошков магния и бора квазигидростатическим давлением в камере «Тороид» на последующий синтез соединения MgB_2 .

2. Методика эксперимента

Исходная керамика соединения MgB_2 для образцов №1–3 приготовлена из чешуек магния размером 50–200 мкм, чистотой 99,98 % и порошка металлического бора (1–10 мкм), полученного плавкой аморфного бора чистотой 96,93 %. Смесь $Mg:B = 1:2$ прессовали в таблетки диаметром 20 мм, высотой 4 мм, синтез MgB_2 проводили при 1000 °C в течение 2 ч в атмосфере аргона при давлении 1 МПа. Далее образцы были подвергнуты деформации в камере «Тороид» по схеме, отраженной в таблице.

Схема обработки образцов

№	Исходный материал	Давление в камере «Тороид», ГПа	Температура/время в камере «Тороид»	Восстановительный отжиг
1	Синтезированная таблетка	4	Комнатная	950 °C, 30 мин в атмосфере Ar при P = 1 МПа
2	—«—	5	Комнатная	750 °C, 1 ч в атмосфере Ar при P = 1 МПа
3	—«—	2	600 °C, 1 ч	—

Образец № 4. Спрессованную таблетку из смеси чешуек магния и порошка бора в соотношении $Mg:B = 1:2$ подвергли квазигидростатическому обжатию в камере «Тороид» под давлением $p = 5$ ГПа при комнатной температуре, последующий синтез проводили при 600 °C, 6 ч в атмосфере Ar + H при давлении 0,6 атм.

Структуру керамики исследовали рентгенографически на дифрактометре ДРОН-3М в излучении $CrK\alpha$, методами СЭМ на приборе Quanta-200 с приставкой EDAX для микроанализа и ПЭМ на приборе JEM-200CX. Рентгеновский фазовый анализ проводили с помощью программы PowderCell 2.3. Намагниченность измерялась вибрационным магнитометром VSM-7407, критическая плотность тока определялась из кривой намагниченности по формуле Бина. Плотность керамики оценивалась методом гидростатического взвешивания.

3. Результаты и обсуждение

Согласно результатам рентгеноструктурного анализа, матричной фазой синтезированной исходной керамики для образцов № 1–3 является фаза MgB_2 (~80 %) и остаточный непрореагировавший магний (рис. 1 а). В матричной фазе соединения выявлены существенные неоднородности структуры, связанные с типичным для этого соединения расслоением в областях разной плотности, вследствие сложной кинетики синтеза, проходящего в несколько этапов (рис. 2). Вместе с тем отмечается неравномерное распределение кислорода. По данным микроанализа, в плотных областях среднее соотношение элементов $Mg:B:O = 33:62:5$ (рис. 2, область 1), а в рыхлых областях $Mg:B:O = 22:62:16$ (рис. 2, область 2). Присутствие избыточ-

ного магния в исходной синтезированной керамике оказало благоприятное влияние на пластичность соединения при последующей деформации, формируя пластичный композит $\text{MgB}_2 + \text{Mg}$. После деформации в камере «Тороид» при $P = 4\text{--}5$ ГПа при комнатной температуре образуется плотная без трещин и рыхлых областей керамика со средним соотношением элементов $\text{Mg}:\text{B}:\text{O} = 30:60:10$, которое отражает хорошее соответствие стехиометрическому соотношению исходной смеси порошков магния и бора (рис. 3). В работе [6] подтверждено, что большая деформация, особенно в условиях одноосного холодного прессования, приводит к драматическому снижению критической плотности тока, так как сопровождается макро- и микрорастрескиванием керамики. Также высказано предположение, что деформация вызывает разрушение плотных областей, приводит к разориентировке образующихся фрагментов и нарушению связи между кристаллитами.

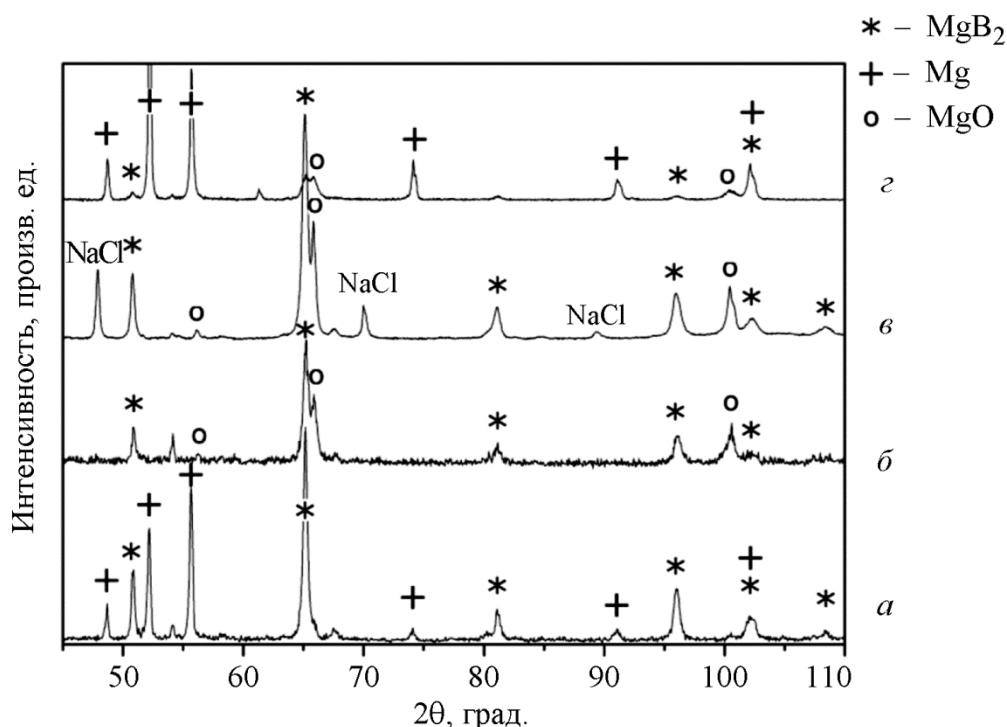


Рис. 1. Рентгеновские дифрактограммы керамики MgB_2 : а – исходная керамика; б – образец № 1 (после обжига и последующего отжига); в – образец № 2 (после обжига и последующего отжига); з – образец № 4

Для того чтобы устранить внесенные деформацией напряжения и восстановить хорошую межзеренную связь, мы провели последеформационный отжиг керамики при повышенной (950°C) и более низкой (750°C) температурах. Время и температура восстановительного отжига являются важными факторами, которые влияют на кинетику рекристаллизационного роста зерна и, соответственно, на плотность керамики. Анализ наших многочисленных экспериментальных результатов позволяет заключить, что использование длительного отжига при высоких температурах сильно уменьшает плотность керамики MgB_2 , приводя к повторному расслоению на плотные и рыхлые фракции. При высокой температуре отжига испарение остаточного магния приводит к снижению плотности даже при небольшом времени отжига (рис. 4 а). Низкая температура и короткое время отжига ограничивают рост зерна MgB_2 , а также не дают возможности образоваться несплошностям вследствие потери магния, что способствует получению керамики высокой плотности (рис. 4 б, в).



Рис. 2. Типичная структура синтезированной керамики MgB_2

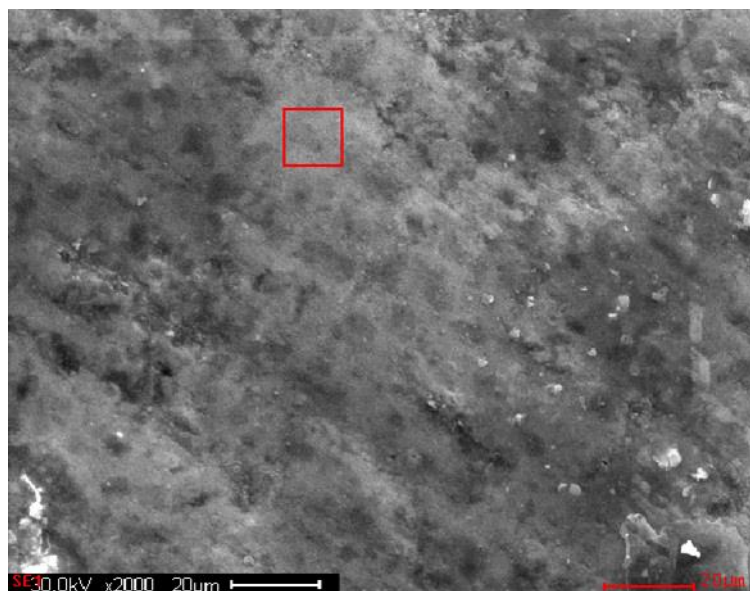


Рис. 3. Структура керамики после обжига в камере «Тороид» при давлении 4 ГПа и комнатной температуре

Согласно рентгенографическим данным, фазовый состав образцов после обжига в камере «Тороид» и восстановительного отжига представлен основной фазой MgB_2 (рис. 1 б, в). Кроме этого, присутствует фаза MgO (~18 % для образца № 1 и ~16 % для образца № 2), образовавшаяся во время последеформационного отжига при взаимодействии избыточного магния с кислородом. В керамике, отожженной при более высокой температуре 950 °С (образец № 1), отмечается также небольшое количество высших боридов, по-видимому, MgB_4 и Mg_2B_{25} . Данные микроанализа подтверждают результаты, полученные с помощью рентгеноструктурного анализа. Средний химический состав образца № 1 показал несколько большее содержание бора относительно стехиометрического, что объясняется присутствием высших боридов ($\text{Mg:B:O} = 28:63:9$), а состав самых плотных областей образца № 2 (рис. 4 в) наиболее близок к стехиометрическому ($\text{Mg:B:O} = 33:64:3$). Содержание фазы MgO в образцах и содержание кислорода, полученное из результатов микроанализа, также сопоставимы.

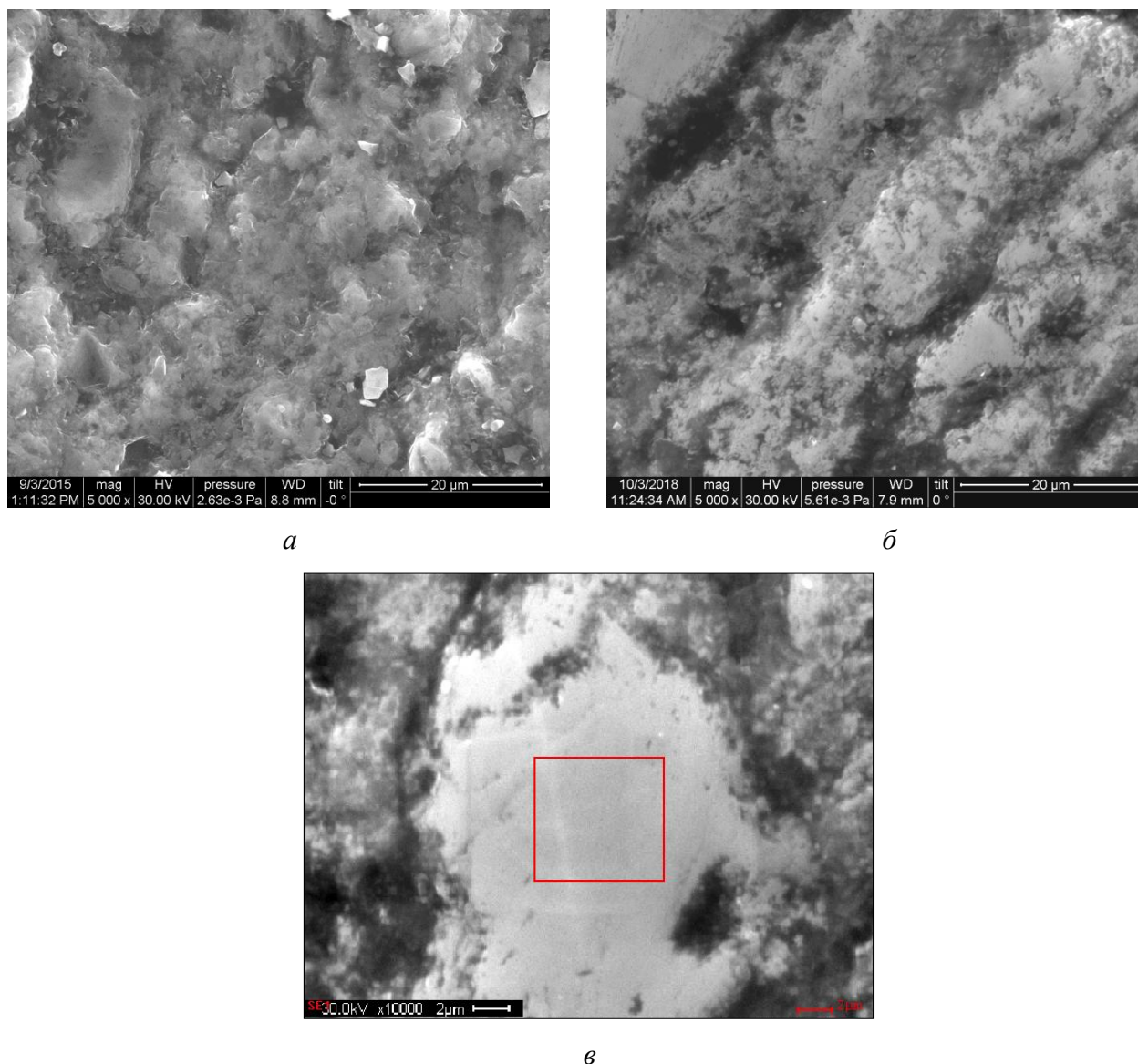


Рис. 4. Структура керамики MgB_2 после обжата в камере «Тороид»: а – при давлении 4 ГПа и комнатной температуре и последующего отжига при 950 °С; б, в – при давлении 5 ГПа и комнатной температуре и последующего отжига при 750 °С

Изготовление керамики MgB_2 с высокой плотностью и мелкозернистой микроструктурой довольно сложный технологический процесс. Если в процессе спекания исходных порошков материал и достигает высокой плотности, все равно нельзя ожидать, что получится мелкозернистая структура. Таким образом, без дополнительной обработки, спекание не может обеспечить конечную структуру соединения MgB_2 с размером зерна меньшим, чем размер агломератов исходного порошка магния и бора. На рис. 5 а показано изображение в ПЭМ микроструктуры соединения MgB_2 , подвергнутого квазигидростатическому прессованию при комнатной температуре и последующему короткому восстановительному отжигу при температуре 950 °С. Наблюдается однородная структура с хорошо связанными зернами размером ~100 нм. На электронограмме (рис. 5 б) присутствуют сплошные кольца и точечные рефлексы фаз MgB_2 и MgO . Наиболее сильные рефлексы фазы MgB_2 совпадают с рефлексами фазы MgO , что затрудняет разделение этих фаз на микрофотографиях. Мелкодисперсные включения MgO в матричной фазе MgB_2 могут образоваться как из наноразмерных включений типа $\text{Mg}(\text{B}, \text{O})_2$ [7], так и

в процессе реакции окисления избыточного магния [8–10]. Отметим, что на некоторых электронограммах присутствует выраженное направление, соответствующее $d = 2,43 \text{ \AA} (111)_{\text{MgO}}$, указывающее на наличие отдельных более крупных кристаллов MgO , чем те, что образуются при замещении бора кислородом. Это означает, что в процессе окисления избыточного магния образуются и наноразмерные включения MgO и достаточно крупные, по-видимому, в зависимости от размера исходных частиц магния. Наличие включений MgO с размером $\sim 5\text{--}10 \text{ мкм}$ подтверждается данными EBSD-анализа образца № 2, представленными на рис. 6.

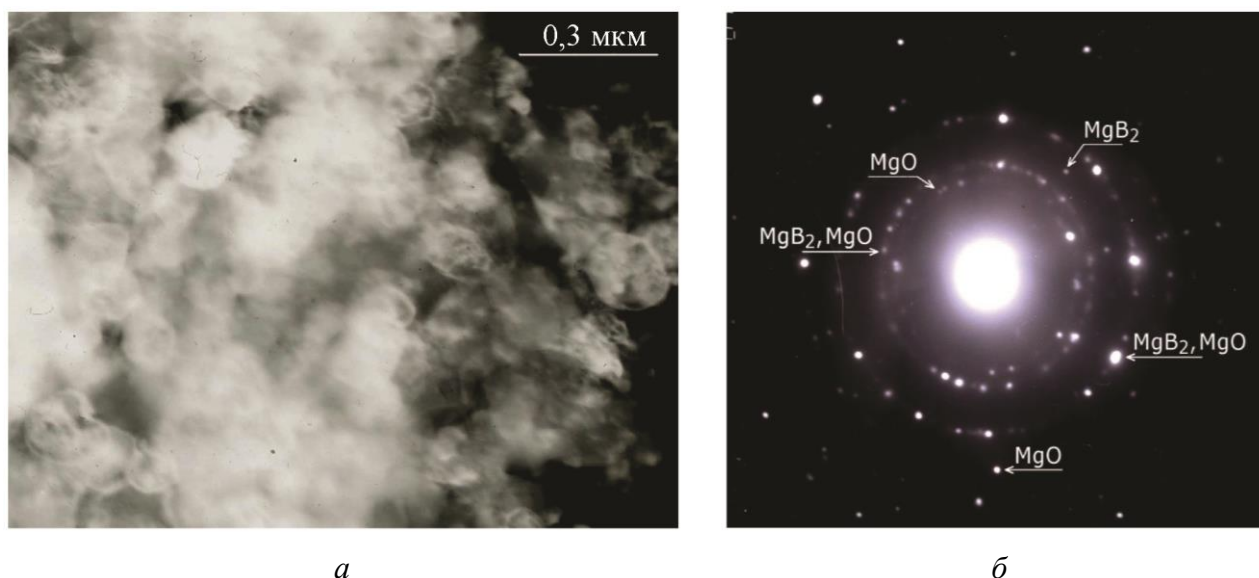


Рис. 5. Структура керамики MgB_2 после обжигания в камере «Тороид» при давлении 4 ГПа и комнатной температуре и последующего отжига при 950°C

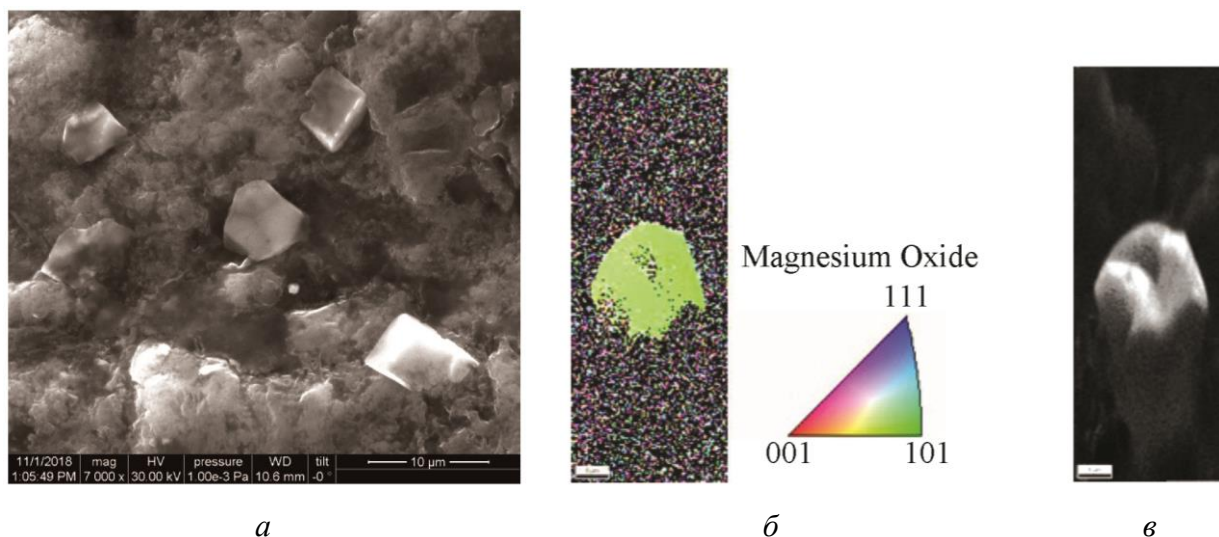
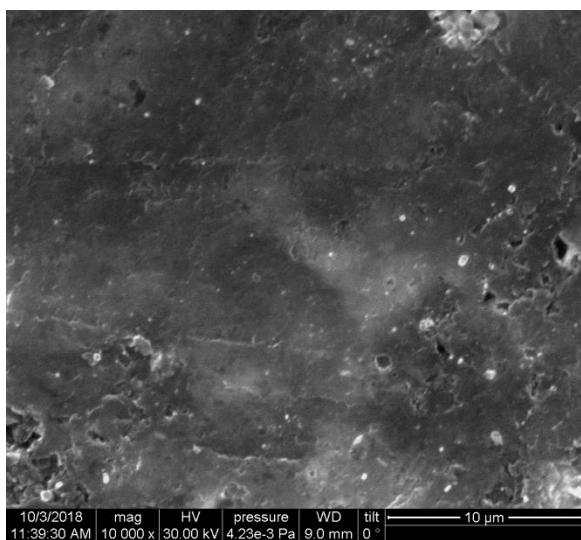
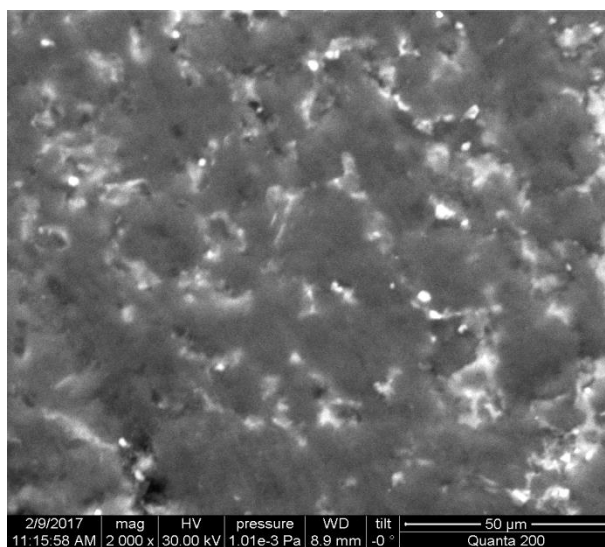


Рис. 6. Структура образца № 2: *а* – крупные включения фазы MgO ; *б* – EBSD-карта; *в* – восстановленное изображение (imagequalitymap), построенное из обратной полюсной фигуры

Таким образом, структура соединения MgB_2 , подвергнутого всестороннему обжатию в камере «Тороид» при комнатной температуре и последующему отжигу при относительно низкой температуре (750°C , 1 ч), характеризуется протяженными очень плотными областями (СЭМ), состоящими из наноразмерных зерен, имеющими хороший контакт друг с другом (ПЭМ). Непрореагировавший во время синтеза соединения MgB_2 остаточный магний способствует повышению пластичности при деформации, предотвращает макро- и микрорастрескивание и образует как мелкодисперсные, так и довольно крупные выделения фазы MgO при окислении. В результате проведенной обработки плотность керамики увеличилась с $1,5 \text{ г/см}^3$ до $2,4 \text{ г/см}^3$, что близко к теоретической ($2,6 \text{ г/см}^3$), а критическая плотность тока увеличилась с $2,3 \times 10^4 \text{ А/см}^2$ до $6,7 \times 10^4 \text{ А/см}^2$ (при 30 К).



a



б

Рис. 7. Структура керамики MgB_2 после обжатия в камере «Тороид» при температуре 600°C и давлении 2 ГПа

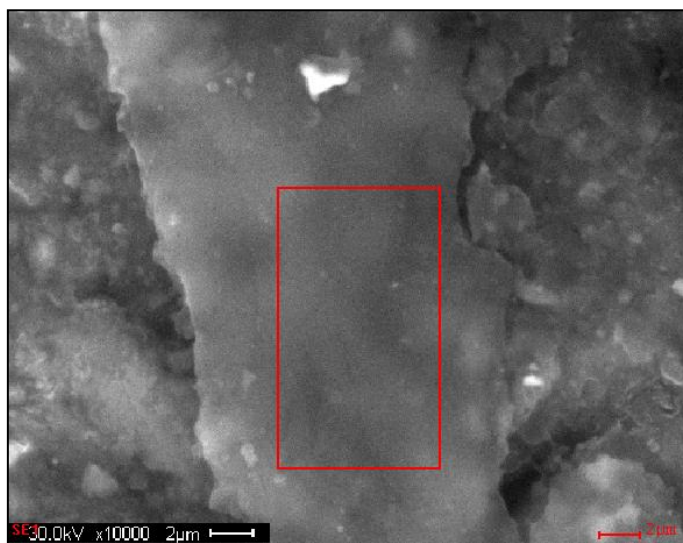


Рис. 8. Структура керамики соединения MgB_2 (образец № 4) синтезированного из порошка скомпактированного в камере «Тороид»

Дополнительное спекание в условиях квазигидростатического прессования является еще одним из возможных способов повышения плотности керамики MgB_2 . На рис. 7 а, б представлена структура соединения MgB_2 , подвергнутого деформации в камере «Тороид» под давлением $p = 2$ ГПа при температуре 600°C в течение 1 ч (образец № 3). Несмотря на то, что при большом увеличении наблюдается плотная, почти без пор и рыхлых областей керамика, при меньшем увеличении видно, что поваренная соль, являющаяся средой, передающей давление в камере «Тороид», при нагреве под давлением проникла в керамику и заполнила все промежутки между плотными областями. Плотность полученной керамики составила $1,7 \text{ г/см}^3$.

Предварительное компактирование исходных порошков в камере «Тороид» и невысокая температура синтеза (600°C) позволили получить в образце № 4 очень плотные, но локальные области, размер которых $\sim 10 \times 20$ мкм. По результатам микроанализа в этих областях присутствует избыток Mg относительно стехиометрического состава и соотношение элементов в них составляет $\text{Mg}:\text{B}:\text{O} = 39:52:9$ (рис. 8, прямоугольником выделена область, с которой получены результаты микроанализа). Согласно рентгенографическим данным (рис. 1 з), содержание фазы MgB_2 в этом образце составляет всего 13 %, фазы MgO – 7 %, а непрореагировавшего Mg – 80 %. Такое небольшое содержание фазы MgB_2 объясняется невысокой температурой синтеза (600°C), при которой, с одной стороны, предотвращается выход магния из соединения и возникновение пор и рыхлых областей, а с другой стороны, фаза MgB_2 образуется всего лишь в микроскопическом масштабе, несмотря на довольно длительное время спекания (6 ч). Кроме того, плотность полученной керамики очень невысокая $\sim 1,4 \text{ г/см}^3$.

4. Выводы

Использование камеры «Тороид» на разных этапах получения керамики соединения MgB_2 показало, что наиболее плотную мелкодисперсную керамику с размером зерна ~ 100 нм можно получить квазигидростатическим прессованием ($P = 4\text{--}5$ ГПа) при комнатной температуре синтезированного соединения MgB_2 , с последующим восстановительным отжигом. В результате этой обработки плотность керамики увеличилась с $1,5 \text{ г/см}^3$ до $2,4 \text{ г/см}^3$, а критическая плотность тока – с $2,3 \times 10^4 \text{ А/см}^2$ до $6,7 \times 10^4 \text{ А/см}^2$ (при 30 К).

Благодарность

Исследования выполнены на оборудовании центра коллективного пользования «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН.

Авторы выражают благодарность А.В. Пашееву за проведение деформации образцов.

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Давление» (№ з.р. АААА-А18-118020190104-3) при поддержке проектом УрО РАН № 18-10-2-24.

Литература

1. Superconducting properties of MgB_2 bulk materials prepared by high-pressure sintering / Y. Takano, H. Takeya, H. Fujii, H. Kumakura, T. Hatano, K. Togano, H. Kito, H. Ihara // Appl. Phys. Lett. – 2001. – Vol. 78, no. 19. – P. 2914–2916. – DOI: 10.1063/1.1371239.
2. Effect of sintering temperature under high pressure on the superconductivity of MgB_2 / C. U. Jung, M. S. Park, W. N. Kang, M. S. Kim, K.H. Kim, S.Y. Lee, S.I. Lee // Appl. Phys. Lett. – 2001. – Vol. 78, no. 26. – P. 4157. – DOI: 10.1063/1.1382632.
3. EELS studies of MgB_2 superconductor obtained under high pressure / R. C. Yu, S. C. Li, Y. Q. Wang, X. Kong, J. L. Zhu, F. Y. Li, Z. X. Liu, X. F. Duan, Z. Zhang, C. Q. Jin // Physica C. – 2001. – Vol. 363, no. 3. – P. 184–188.

4. High Critical Current Density of MgB₂ Bulk Superconductor High-pressure Synthesized Directly from the Elements / S. Q. Jin, S. C. Li, J. L. Zhu, F. Y. Li, Z. Y. Liu, R. S. Yu // J. of Materials Research. – 2002. – Vol. 17, no. 3. – P. 525–527.
5. Mechanisms of Cold Deformation under High Pressure of Superconductive MgB₂ Ceramics / E. I. Kuznetsova, T. P. Krinitsina, S. V. Sudareva, Yu. V. Blinova, M. V. Degtyarev, Yu. N. Akshentsev. // Physics of Metals and Metallography. – 2018. – Vol. 119, no. 8. – P. 802–809. – DOI: 10.1134/S0031918X18080070.
6. Influence of high-pressure deformation and annealing on the structure and properties of a bulk MgB₂ superconductor / M. V. Degtyarev, V. P. Pilyugin, Y. N. Akshentsev, E. I. Kuznetsova, T. P. Krinitsina, Y. V. Blinova, S. V. Sudareva, E. P. Romanov // Physics of Metals and Metallography. – 2016. – Vol. 117, no. 8. – P. 772–782. – DOI: 10.1134/S0031918X16080032.
7. Mg(B; O) precipitation in MgB₂ / X. Z. Liao, A. Serquis, Y. T. Zhu, J. Y. Huang, L. Civale, D. E. Peterson, F. M. Mueller, H. F. Xu // J. Appl. Phys. – 2003. – Vol. 93. – P. 6208–6215.
8. Electron probe microanalysis of Mg–B compounds: stoichiometry and heterogeneity of superconductors / T. Wenzel, K. G. Nickel, J. Glaser, H. J. Meyer, D. Eyidi, O. Eibl // Phys. Stat. Sol. (a). – 2003. – Vol. 198. – P. 374–386. – DOI 10.1002/pssa.200306625.
9. Superconducting properties, microstructure and chemical composition of MgB₂ sheathed materials / D. Eyidi, O. Eibl, T. Wenzel, K. G. Nickel, S. I. Schlachter, W. Goldacker // Supercond. Sci. Technol. – 2003. – Vol. 16. – P. 778–788.
10. Structure of magnesium diboride after cold deformation and low-temperature recovery anneal / E. I. Kuznetsova, T. P. Krinitsina, M. V. Degtyarev, Yu. V. Blinova // Physics of Metals and Metallography. – 2018. – Vol. 119, no. 12. – In print.

Received: 16.05.2018
Revised: 17.10.2018
Accepted: 26.10.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.214-221

THE DEVELOPMENT OF TOPOLOGICAL DIAGNOSTIC METHODS OF ASYNCHRONOUS ELECTRIC MACHINES

S. P. Kurilin^{a)*} and V. N. Denisov^{b)}

*National Research University «Moscow Power Engineering Institute» in Smolensk
1, Energeticheskiy Dr., Smolensk, 2014013, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0001-7843-275X>  kurilinsp@inbox.ru;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0003-3019-7855>  dvalnik@mail.ru

*Corresponding author. E-mail: kurilinsp@inbox.ru

Address for correspondence: Energeticheskiy proyezd, 1, Smolensk, 2014013, Russian Federation
Tel.: +7 910 712 88 36

The article develops scientific foundations for the topological diagnostic methods of asynchronous electric machines (AEM) towards the development of practical applications. The topological diagnostics is based on testing the parametric characteristics of the AEM vector space or its separate subspaces. Methods for testing separate subspaces of the vector space and methods for testing AEM stators and rotors are discussed; some specialized diagnostic factors are illustrated by calculation examples. The problems stated are solved by linear algebra methods.

Keywords: topological diagnostics, diagnostic method, asynchronous electric machine, vector space.

References

1. Braun M., Rautani J., Petil D. *Diagnostics and troubleshooting of electrical equipment and control circuits*, Elsevier, 2005.
2. Ameid T., Menacer A., Talhaoui H., Harzelli I. Broken rotor bar fault diagnosis using fast Fourier transform applied to field-oriented control induction machine: simulation and experimental study. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2017, vol. 92 (1–4), pp. 917–928. DOI: 10.1007/s00170-017-0143-2.
3. Bernat P., Hytka Z., Kacor P. Indication of failures of rotor bar on induction machine with squirrel cage rotor in its external electromagnetic field. In: *Proceedings of the 16th International Scientific Conference on Electric Power Engineering (EPE)*, 2015, pp. 691–696. ISBN: 978-1-4673-6788-2.
4. Kopylov I.P. *Matematicheskoe modelirovanie jelektricheskikh mashin* [Mathematical modeling of electrical machines]. Moscow, Vysshaya Shkola Publ., 2001, 327 p. (In Russian).
5. Ivanov-Smolenskiy A.V. *Electrical machines*, vol. 2. Mir Publishers.
6. Kurilin S.P., Denisov V.N. *Metody i prilozheniya matematicheskogo modelirovaniya v elektrotehnike* [Methods and Applications of Mathematical Modeling in Electrical Engineering: Monograph]. Smolensk, Smolenskiy Filial RUK Publ, 2014, 242 p. ISBN 978-5-91805-037-8. (In Russian).
7. Nos O.V. Mathematical model of the asynchronous engine in the linear spaces connected to the stator and a rotor. *Izvestiya Vysshikh Uchebnykh Zavedenii*, 2008, no. 2, pp. 14–20. (In Russian).
8. Denisov V.N., Kurilin S.P. Method of diagnosing phase-rotor motors. *RF Patent 2392632*, 2010. (In Russian).

Подана в журнал: 16.05.2018
УДК 621.313.333:(512+514.1+515.1)
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.214-221

РАЗРАБОТКА МЕТОДОВ ТОПОЛОГИЧЕСКОЙ ДИАГНОСТИКИ АСИНХРОННЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ МАШИН

С.П. Курилин^{а)*}, В.Н. Денисов^{б)}

*Филиал ФГБОУ ВО «НИУ «МЭИ» в г. Смоленске,
Энергетический пр. 1, 214013, Смоленск, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-7843-275X>  kurilinsp@inbox.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0003-3019-7855>  dvalnik@mail.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: kurilinsp@inbox.ru
Адрес для переписки: Энергетический пр. 1, г. Смоленск, 214013, Российская Федерация
Тел.: +7-910-712-88-36

В статье развиваются научные основы методов топологической диагностики асинхронных электрических машин (АЭМ) в направлении разработки практических приложений. Топологическая диагностика базируется на тестировании параметрических свойств векторного пространства АЭМ или его отдельных подпространств. В статье обсуждаются методы тестирования отдельных подпространств векторного пространства, методы тестирования статора и ротора АЭМ, а также на расчетных примерах представлены некоторые из специализированных диагностических факторов. Поставленные задачи решаются методами линейной алгебры.

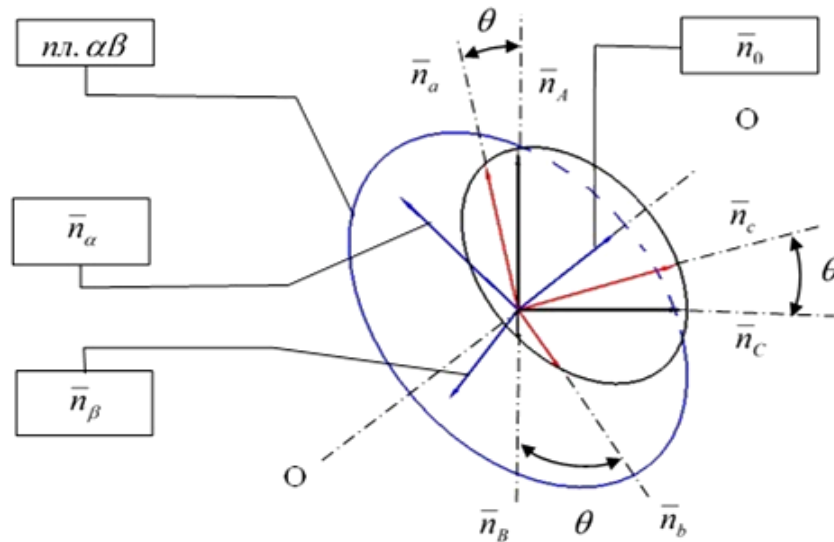
Ключевые слова: топологическая диагностика, метод диагностики, асинхронная электрическая машина, векторное пространство.

1. Введение

Проблема повышения эксплуатационной надежности асинхронных электрических машин (АЭМ) решается организацией системы их периодической эксплуатационной диагностики. Значение эксплуатационной диагностики АЭМ для поддержания рабочего состояния парка технологического электрооборудования весьма высоко. Это вызвано тем, что потери от внезапной остановки технологического оборудования многократно превышают потери от плановой замены электродвигателя в его составе. В связи с этим интерес специалистов и ученых к вопросам эксплуатационной диагностики в настоящее время высок [1, 2].

Существующие методы эксплуатационной диагностики АЭМ [1, 3] основаны на фиксации и анализе внешних потоков энергии электрической машины: интенсивности электромагнитного, теплового или акустического поля, величин потребляемых токов или момента на ее валу. Теоретической базой методов диагностики длительное время служила классическая теория электрической машины, в частности ее математическая концепция [4, 5]. В настоящее время формируется топологическая концепция АЭМ [6, 7], обосновывающая принципиально новые – топологические – методы эксплуатационной диагностики.

Топологическая диагностика базируется на тестировании параметрических свойств векторного пространства АЭМ или его отдельных подпространств [6]. Размерность векторного пространства АЭМ равна большему числу фаз одной из ее обмоток. Как правило, тестирование проводится через обмотку статора. При этом тестируется трехмерное подпространство векторного пространства, которое является общим для обмоток статора и ротора. Представление об этом подпространстве для случая однородной (неповрежденной) АЭМ дает рисунок [6].



Базисы и подпространства векторного пространства однородной АЭМ

На рисунке представлены ортонормированные фазные базисы обмотки статора $\{\mathbf{n}_A, \mathbf{n}_B, \mathbf{n}_C\}$

$$\mathbf{n}_A = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}, \mathbf{n}_B = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}, \mathbf{n}_C = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}$$

и обмотки ротора $\{\mathbf{n}_a, \mathbf{n}_b, \mathbf{n}_c\}$.

$$\mathbf{n}_a = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}, \mathbf{n}_b = \begin{pmatrix} 0 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}, \mathbf{n}_c = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix}.$$

Базис обмотки ротора повернут относительно базиса обмотки статора на угол и вокруг оси OO , заданной направляющим вектором $\mathbf{n}_0$. На рисунке представлена плоскость $\alpha\beta$ и параллельная ей плоскость, на которой находятся концы векторов $\mathbf{n}_a, \mathbf{n}_b, \mathbf{n}_c$ при вращении ротора, а также один из канонических базисов векторного пространства однородной АЭМ – $\{\mathbf{n}_0, \mathbf{n}_\alpha, \mathbf{n}_\beta\}$

$$\mathbf{n}_\alpha = \sqrt{\frac{2}{3}} \begin{pmatrix} -\frac{1}{2} \\ \frac{1}{2} \\ -\frac{1}{2} \end{pmatrix}, \mathbf{n}_\beta = \sqrt{\frac{2}{3}} \begin{pmatrix} -\frac{\sqrt{3}}{2} \\ 0 \\ \frac{\sqrt{3}}{2} \end{pmatrix}, \mathbf{n}_0 = \frac{1}{\sqrt{3}} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \\ 1 \end{pmatrix}.$$

Этот базис выделяет в векторном пространстве АЭМ два подпространства: двумерную плоскость $\alpha\beta$ и одномерное подпространство нулевой последовательности 0 . Подпространство $\alpha\beta$ является рабочей областью векторного пространства неповрежденной машины.

В поврежденной АЭМ векторы токов, напряжений и ЭДС могут располагаться в любой области векторного пространства.

2. Постановка задачи и методы решения

Начиная исследование, авторы ставили следующие основные задачи.

1. Сформировать методологию топологической диагностики, позволяющую получить достоверные данные для заключения о техническом состоянии и остаточном ресурсе АЭМ.

2. Сформировать информационно-математический аппарат, который с необходимой полнотой и детальностью отображает текущее состояние векторного пространства АЭМ и его изменения во времени.

При этом предполагалось, что на базе топологического подхода могут быть сформированы различные программы диагностических испытаний АЭМ, в ходе которых состав диагностических факторов может быть дополнен или скорректирован, а принцип и методы диагностических испытаний станут основой разработки технических средств диагностики АЭМ.

В соответствии с методологией топологической диагностики, при проведении диагностического обследования одной из координат вектора напряжения обмотки статора придают вид дельта-функции Дирака $\delta(t)$. Пусть, например, импульс напряжения в форме дельта-функции подается на фазу A обмотки статора, а фазы B и C статора и фазы ротора замкнуты накоротко

$$\begin{pmatrix} \delta(t) \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix},$$

тогда реакцией АЭМ на воздействие будет вектор-столбец, составленный из функций Грина

$$\begin{pmatrix} g_{AA}(t) \\ g_{BA}(t) \\ g_{CA}(t) \end{pmatrix}.$$

Аналогичные векторы-столбцы получаются и при подаче дельта-функции на фазы B и C обмотки статора. Совокупность этих реакций образует матрицу Грина – токовую реакцию АЭМ на воздействия в форме дельта-функций:

$$G(t) = \begin{pmatrix} g_{AA}(t) & g_{AB}(t) & g_{AC}(t) \\ g_{BA}(t) & g_{BB}(t) & g_{BC}(t) \\ g_{CA}(t) & g_{CB}(t) & g_{CC}(t) \end{pmatrix}. \quad (1)$$

Элементами матрицы Грина являются собственные и взаимные электрические проводимости фаз статора при короткозамкнутом роторе. Эти элементы используются в качестве диагностических факторов и хранятся в базе данных с момента проведения выходной диагностики до конца срока эксплуатации АЭМ.

Заключение по результатам диагностического обследования делается на основе сравнения его результатов с данными эталонного состояния. Матрица Грина для эталонного состояния формируется при выходных испытаниях АЭМ на заводе-изготовителе или на ремонтном предприятии. Оценка однородности матрицы Грина дает основания для заключения о наличии повреждений в структуре объекта, а наличие отклонений от эталонной матрицы свидетельствует об эксплуатационном старении объекта. При этом скорость эксплуатационного старения позволяет оценить остаточный ресурс АЭМ.

3. Результаты и обсуждение

Выше приведена методика тестирования векторного пространства по осям базиса $\{n_A, n_B, n_C\}$. Получаемые при этом результаты отражают общую однородность или неоднородность векторного пространства АЭМ. Результаты тестирования представляют собой усредненные электрические проводимости векторного пространства по осям базиса с учетом их различий в подпространствах $\alpha\beta$ и 0. По направленности данная методика ориентирована на определение степени эксплуатационного износа и остаточного ресурса объекта.

Вместе с тем задачи эксплуатационной диагностики могут быть весьма многообразны. В ряде случаев может потребоваться детальное тестирование отдельных подпространств векторного пространства. В первую очередь это относится к рабочей области векторного пространства АЭМ – подпространству $\alpha\beta$. В других ситуациях, в случаях уточнения места повреждения или ускоренного старения, оказываются необходимыми тестирования отдельных фрагментов активной части АЭМ – статора и ротора.

Кроме того, при разработке методов диагностического обследования одной из ключевых задач является поиск диагностических факторов, адекватных поставленным задачам. При реализации различных программ диагностических испытаний в состав диагностических факторов кроме матрицы Грина могут быть включены и дополнительные специализированные факторы.

Далее авторы намерены обсудить методы тестирования отдельных подпространств векторного пространства, методы тестирования статора и ротора АЭМ, а также представить некоторые из специализированных диагностических факторов.

3.1. Тестирование отдельных подпространств векторного пространства

При тестировании подпространства $\alpha\beta$ импульсные сигналы подаются по различным осям плоскости $\alpha\beta$, а фазы статора не подключенные к источнику импульсного напряжения замыкаются накоротко. Во всех случаях, кроме тестирования, обмотки статора, испытания проводятся при неподвижном роторе.

Таким образом, по результатам трех испытаний векторами импульсного напряжения

$$\begin{pmatrix} \delta(t) \\ -\delta(t) \\ 0 \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} 0 \\ \delta(t) \\ -\delta(t) \end{pmatrix}, \begin{pmatrix} -\delta(t) \\ 0 \\ \delta(t) \end{pmatrix},$$

формируется матрица Грина с электрическими проводимостями плоскости $\alpha\beta$ векторного пространства

$$G(t) = \begin{pmatrix} g_{AA}(t) & g_{AB}(t) & g_{AC}(t) \\ g_{BA}(t) & g_{BB}(t) & g_{BC}(t) \\ g_{CA}(t) & g_{CB}(t) & g_{CC}(t) \end{pmatrix}.$$

Здесь символами A, B, C обозначены оси плоскости $\alpha\beta$, заданные проекциями векторов n_A, n_B, n_C на эту плоскость (рисунок). Соответственно и элементы матрицы Грина, в данном случае, представляют собой собственные и взаимные электрические проводимости эквивалентных фаз статора, расположенных в плоскости $\alpha\beta$ по этим осям.

При тестировании подпространства 0 импульсный сигнал подается на фазы обмотки статора, соединенные в схему «разомкнутый треугольник». В результате испытания появля-

ется функция Грина для токов нулевой последовательности $g_0(t)$, представляющая собой электрическую проводимость векторного пространства по оси ОО (рис. 1).

3.2. Тестирование статора и ротора АЭМ

Тестирование статора АЭМ должно производиться при обесточенной обмотке ротора. Для АЭМ с короткозамкнутым ротором, в рамках эксплуатационной диагностики, довести ток обмотки ротора до нуля невозможно. По этой причине испытания следует провести в режиме холостого хода, в котором ток ротора приблизительно равен нулю. Тестовые испытания могут быть проведены по методике в соответствии с материалом разд. 3.1.

При асинхронно вращающемся роторе матрица Грина не будет симметричной, но будет обладать симметрией следующего вида

$$G(t) = \begin{pmatrix} a(t) & b(t) & c(t) \\ c(t) & a(t) & b(t) \\ b(t) & c(t) & a(t) \end{pmatrix}.$$

Аналогичную структуру должна иметь и эталонная матрица.

Тестирование короткозамкнутого ротора АЭМ производиться по обычной методике (см. выражение (1)). При этом испытания повторяются для различных угловых положений ротора

$$\theta = \theta_i = \frac{2\pi p}{z} i, i = 0, 1, 2, \dots,$$

где p – число пар полюсов АЭМ; z – число фаз ротора АЭМ.

В результате формируется матричная функция Грина

$$G(t, \theta) = \begin{pmatrix} g_{AA}(t, \theta) & g_{AB}(t, \theta) & g_{AC}(t, \theta) \\ g_{BA}(t, \theta) & g_{BB}(t, \theta) & g_{BC}(t, \theta) \\ g_{CA}(t, \theta) & g_{CB}(t, \theta) & g_{CC}(t, \theta) \end{pmatrix}.$$

Независимость элементов матрицы Грина от угла и свидетельствует о параметрической и физической однородности ротора. Слабая зависимость элементов матрицы Грина от угла и свидетельствует о наличии неоднородностей ротора, а явно выраженная зависимость элементов матрицы Грина от угла и свидетельствует о наличии повреждений ротора.

3.3. Специализированные диагностические факторы

Далее, по результатам [6] приводятся два расчетных примера процедуры подбора диагностических факторов для случаев повреждения обмоток статора и короткозамкнутого ротора асинхронного электродвигателя. Расчеты серийного электродвигателя 4A160S4Y3 мощностью 15 КВт с частотой вращения 1500 об./мин проводились на математических моделях по существующим методикам.

Пример 1. При моделировании повреждения обмотки статора оценивалась ситуация повышения сопротивления одной из фаз на 10 % по отношению к номинальному значению. Сравнивались уровни мощности рассеяния обмотки для случаев неповрежденной и поврежденной обмотки. Полученные расчетные данные свидетельствуют о следующем.

Параметрически однородная (неповрежденная) обмотка не возбуждает междофазный энергообмен. Определенные в расчете величины потерь активной (908,9 Вт) и реактивной

(1740,4 ВАр) мощности следует считать неизбежными и соответствующими реализованному в двигателе 4A160S4Y3 уровню технологии и культуры производства.

Параметрически неоднородная (поврежденная) обмотка имеет не только повышенные уровни рассеяния активной (939,2 Вт) и реактивной (1798,4 ВАр) мощности, но и возбуждает междофазный энергообмен. Мерой интенсивности энергообмена является угол между векторами напряжения и тока в векторном пространстве, равный 0,046 радиан. Обмен, совокупной мощностью в 92,6 ВА, идет в формах активной (42,85 Вт) и реактивной (82,04 ВАр) мощности. Мощности обмена избыточны, так как являются следствием параметрической неоднородности векторного пространства объекта и даже косвенно не связаны с электромеханическим преобразованием энергии в нем.

В качестве специализированного диагностического фактора, указывающего на повреждение обмотки статора, в данном случае может использоваться пространственный угол между векторами напряжения и тока.

Пример 2. Моделирование повреждения короткозамкнутой клетки ротора. В расчете сравнивались токи стержней поврежденной (неоднородной) и неповрежденной (однородной) короткозамкнутой клетки ротора электродвигателя 4A160S4Y3, имеющей 38 фаз. Поврежденная клетка имела удвоенное активное сопротивление одной из фаз с условным номером 19.

В результате расчета свидетельствуют, что у поврежденной клетки наблюдается резкая неоднородность векторного пространства, в частности существенное различие амплитуд фазных токов. В окрестностях точки повреждения различие достигает 2,5 номинальных значений. При этом среднее значение фазного тока клетки повышается на 16 % по сравнению с неповрежденной клеткой. В данном случае специализированными диагностическими факторами, указывающими на повреждение ротора, могут быть величина потребляемого обмоткой статора тока и его пульсирующий характер.

4. Заключение

В исследовании на основе топологической теории развиваются теоретические и методологические аспекты эксплуатационной диагностики АЭМ. При этом тестирование векторных подпространств АЭМ производится импульсными функциями, а основным диагностическим фактором служит матрица Грина.

Методы топологической диагностики, разрабатываемые на платформе топологической теории, позволяют получить достоверные данные для заключения о техническом состоянии и остаточном ресурсе АЭМ. Они обладают гибкостью в отношении конкретных задач диагностического обследования и состава диагностических факторов. Кроме того, разрабатываемые методы обладают технической реализуемостью и новизной, о чем, в частности, свидетельствует [8].

Принятый в исследовании аппарат функций Грина с необходимой полнотой и детальностью отображает текущее состояние векторного пространства АЭМ и его изменения во времени. Матрица Грина является достаточно универсальным и емким диагностическим фактором для осуществления эксплуатационной диагностики. Это относится как к тестированию отдельных подпространств векторного пространства, так и к тестированию обмоток статора и ротора АЭМ по отдельности.

На базе топологического подхода могут быть сформированы различные программы диагностических испытаний АЭМ, в ходе которых состав диагностических факторов может быть дополнен или скорректирован. Матрица Грина в ряде ситуаций может быть дополнена специализированными диагностическими факторами.

Разработанные на базе теоретических и методологических положений методики и технические средства могут стать основой повышения эксплуатационной надежности асинхронных электрических машин.

Литература

1. Браун М., Раутани Дж., Пэтил Д. Диагностика и поиск неисправностей электрооборудования и цепей управления. – М. : Издательский дом «Додэка XXI», 2007. – 328 с.
2. Broken rotor bar fault diagnosis using fast Fourier transform applied to field-oriented control induction machine: simulation and experimental study / T. Ameid, A. Menacer, H. Talhaoui, I. Harzelli // International Journal of Advanced Manufacturing Technology. – 2017. – Vol. 92 (1–4). – P. 917–928. – DOI: 10.1007/s00170-017-0143-2.
3. Bernat P., Hytka Z., Kacor P. Indication of failures of rotor bar on induction machine with squirrel cage rotor in its external electromagnetic field // Proceedings of the 2015 16th international scientific conference on electric power engineering (EPE). – 2015. – P. 691–696. – ISBN: 978-1-4673-6788-2.
4. Копылов И. П. Математическое моделирование электрических машин. – М. : Высшая школа, 2001. – 327 с.
5. Иванов-Смоленский А. В. Электрические машины. – М. : Энергия, 1980. – 928 с.
6. Курилин С. П., Денисов В. Н. Методы и приложения математического моделирования в электротехнике : монография. – Смоленск : Смоленский филиал РУК, 2014. – 242 с. – ISBN 978-5-91805-037-8.
7. Нос О. В. Математическая модель асинхронного двигателя в линейных пространствах, связанных со статором и ротором // Изв. вузов. Электромеханика. – 2008. – № 2. – С. 14–20.
8. Способ диагностики электрических двигателей с фазным ротором : пат. 2392632 Рос. Федерация / Денисов В. Н., Курилин С. П. – № 2008148774/28 ; заявл. 10.12.08 ; опубл. 20.06.2010, Бюл. № 17. – 5 с.

Received: 27.11.2018
Revised: 18.12.2018
Accepted: 21.12.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.222-228

MICROMAGNETIC MODELING OF MAGNETIZATION AUTORESONANCE IN YIG THIN FILMS WITH INDUCED UNIAXIAL ANISOTROPY

V. S. Teplov^{a)} and V. D. Bessonov^{b)*}

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, UB of RAS,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-3986-4768>  st.valintaine@gmail.com ;
^{b)}  <https://orcid.org/0000-0002-7837-4366>  bessonov@imp.uran.ru

*Corresponding author E-mail: bessonov@imp.uran.ru
Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620137, Russian Federation
Tel.: +7 (343) 378 37 43; fax: +7 (343) 374 52 44

One of the main tasks of both magnonics and physics of nonlinear processes on the search for ways of exciting efficiently magnetic oscillations in solids is discussed. According to the earlier developed theoretical predictions, the MuMax3 software is used to carry out a micromagnetic simulation of a nonlinear effect of strong autoresonance amplifying of the amplitude of magnetic oscillations in yttrium-iron garnet under the action of an external excitation field. It is shown that the efficiency of this autoresonance excitation in thin films of ferrimagnetic yttrium-iron garnet nonlinearly depends on the power of the exciting field and the rate of change (scanning) of the exciting frequency. Both the rate of change and power of the exciting frequency are estimated with the aim of direct experimental observation of the autoresonance effect, in view of the real parameters of the yttrium-iron garnet film at room temperature.

Keywords: autoresonance, spin waves, spin dynamics, micromagnetic simulation, YIG.

Acknowledgment

We are grateful to Dr. S. V. Batalov and Dr. A. V. Telegin for their assistance in the preparation of the paper.

The work was performed within the state assignment from FASO Russia on the subject of Spin, No. AAAA-A18-118020290104-2, and partially supported by megagrant No. 14.Z50.31.0025 and grant No. MK-4959.2018.2 from the President of Russia for young scientists.

References

1. Demidov V.E., Kostylev M.P., Rott K., Krzysteczko P., Reiss G., Demokritov S.O. Excitation of microwave guide modes by a stripe antenna. *Applied Physics Letters*, 2009, vol. 95, no. 11, pp. 112509. DOI: <https://doi.org/10.1063/1.3231875>.
2. Kajiwaru Y., Harii K., Takahashi S., Ohe J., Uchida K., Mizuguchi M., Umezawa H., Kawai H., Ando K., Takanashi K., Maekawa S., Saitoh E. Transmission of electrical signal by spin-waves interconversion in a magnetic insulator. *Nature*, 2010, vol. 464, pp. 262–266. DOI: 10.1038/nature08876.
3. Batalov S.V., Shagalov A.G. Autoresonance control of a magnetization soliton. *The Physics of Metals and Metallography*, 2010, vol. 109, no. 1, pp. 1–6. DOI: 10.1134/S0031918X10010011.
4. Batalov S.V., Shagalov A.G. Resonance control of solitons of spin waves. *The Physics of Metals and Metallography*, 2013, vol. 114, no. 10, pp. 826–832. DOI: <https://doi.org/10.1134/S0031918X13100025>.

5. Shamsutdinov M.A., Kalyakin L.A., Kharisov A.T. Autoresonance in a ferromagnetic film. *Technical Physics*, 2010, vol. 55, no. 6, pp. 860–865. DOI: <https://doi.org/10.1134/S1063784210060198>.
6. Vansteenkiste A., Leliaert J., Dvornik M., Helsen M., Garcia-Sanchez F. The design and verification of MuMax3. In: *AIP Advances*, 2014, vol. 4, pp. 107133. DOI: 10.1063/1.4899186.
7. Bokov V.A. *Fizika magnetikov* [Physics of Magnetism]. Nevskiy Dialekt Publ., 2002, 143 p. (In Russian).
8. Hurben M.J., Patton C. Theory of magnetostatic waves for in-plane magnetized anisotropic films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1996, vol. 163, pp. 39–69. DOI: 10.1016/0304-8853(95)90006-3.

Подана в журнал: 27.11.2018

УДК 537.635

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.222-228

МИКРОМАГНИТНОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ЯВЛЕНИЙ АВТОРЕЗОНАНСА НАМАГНИЧЕННОСТИ В ТОНКИХ ПЛЕНКАХ ЖЕЛЕЗО-ИТТРИЕВОГО ГРАНАТА С НАВЕДЕННОЙ ОДНООСЕВОЙ АНИЗОТРОПИЕЙ

В. С. Теплов^{а)}, В. Д. Бессонов^{б)*}

*Институт Физики Металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской 18, Екатеринбург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-3986-4768>  st.valintaine@gmail.com ;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-7837-4366>  bessonov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: bessonov@imp.uran.ru

Адрес для переписки: 620137, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18, Российская Федерация

Тел.: +7 (343) 378 37 43; факс: +7 (343) 374 52 44

В работе рассматривается одна из основных задач магноники и физики нелинейных процессов по поиску путей эффективного возбуждения спиновых волн в магнетике. Используя развитую теоретическую модель авторезонансных колебаний в магнетиках, в программной среде MuMax3 впервые проведено микромагнитное моделирование нелинейного эффекта автоусиления амплитуды осцилляций магнитной подсистемы в железоиттриевом гранате под действием переменного возбуждающего поля. Показано, что эффективность возбуждения авторезонанса в тонких пленках ферромагнитного железоиттриевого граната нелинейно зависит от мощности возбуждающего поля и скорости изменения возбуждающей частоты. Оценены необходимые параметры скорости изменения и мощности возбуждающей частоты для наблюдения авторезонанса в эксперименте с учетом реальных параметров пленки железоиттриевого граната при комнатной температуре.

Ключевые слова: авторезонанс, спиновые волны, спиновая динамика, микромагнитное моделирование, ЖИГ.

1. Введение

Одной из фундаментальных задач теории магнитных явлений и нелинейной динамики намагниченности является поиск путей эффективного возбуждения и управления распространением высокочастотных (СВЧ) магнитных колебаний в среде. На данный момент такие процессы очень энергозатратны и требуют мощного источника СВЧ-тока, подаваемого на возбуждающую антенну [1], либо спиновый инжектор [2]. В работе [3] впервые теоретически было показано, что магнитные колебания в магнетиках можно возбуждать с помощью нелинейного эффекта авторезонанса. В сравнении с обычным частотным резонансом, в данном случае резонансное состояние достигается малыми (порядка доли эрстед) магнитными полями, при использовании эффекта синхронизации фаз возбуждающего поля и возбужденной волны. Для этого с заданной скоростью модулируется частота внешнего возбуждающего переменного магнитного поля, при этом возбуждаемые колебания в твердом теле должны возникать на той же частоте, независимо от собственного спектра. Также этот процесс можно использовать для эффективного возбуждения и исследования различных солитонных состояний [3–5].

Данный эффект является новым и экспериментально не наблюдался. К сожалению, развитые аналитические модели авторезонансного эффекта в магнетиках используют много приближений. Например, не учитывается геометрия образца (размагничивающий фактор),

коэффициенты затухания, диполь-дипольное взаимодействие магнитных моментов и т. д. В результате сложно спрогнозировать обнаружение этого эффекта на практике, например, в часто используемых в СВЧ-электронике пленочных магнетиках с малой величиной затухания СВЧ-сигнала типа железо-иттриевый гранат (ЖИГ – $\text{Y}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$).

Одним из эффективных теоретических методов решения задач возбуждения и распространения спиновых волн в магнетике с учетом реальных граничных условий является микромагнитное моделирование [6]. В работе проведено микромагнитное моделирование явления нелинейного эффекта усиления амплитуды осцилляций магнитной подсистемы в тонких пленках ЖИГ. Полученные данные хорошо согласуются с результатами аналитической теории [3]. Результаты работы могут быть использованы для постановки эксперимента на пленках ЖИГ и проверки теории.

2. Постановка задачи и методы решения

Микромагнитное моделирование было выполнено в программной оболочке MuMax3 [6]. В качестве объекта моделирования была выбрана пленка ЖИГ, поскольку данный материал обладает максимально низким уровнем затухания спиновой подсистемы, что обеспечивает устойчивость линейных и нелинейных волновых процессов.

В качестве модельной единицы был выбран единичный объем магнетика в виде квадрата размером $1500 \times 1500 \times 150 \text{ нм}^3$. Пленка ЖИГ была смоделирована в виде матрицы из элементарных ячеек размером $30 \times 30 \times 15 \text{ нм}^3$. Взаимодействия между ячейками рассчитывали с помощью уравнения Ландау–Лифшица [5]. В качестве материальных констант были выбраны следующие параметры для ЖИГ: $M_s = 139261 \text{ А/м}$ – намагниченность насыщения; $\alpha_G = 0,0001$ – константа затухания Гилберта; $A_{ex} = 4,15 \times 10^{-12} \text{ Дж/м}$ – константа неоднородного обмена [7]. Толщина пленки подбиралась из условия кратности количества магнитных длин $l = \sqrt{A_{ex}/k_u}$ десяти. Вклад магнитокристаллической анизотропии в плоскости пленки ввиду его малости не учитывался [8].

Для сопоставления результатов моделирования с аналитическим решением задачи управления нелинейной волной намагниченности при помощи внешнего переменного магнитного поля в магнетике с анизотропией типа – ось легкого намагничивания [3], в модели пленки ЖИГ дополнительно была учтена одноосевая анизотропия (k_u) в направлении перпендикулярной плоскости пленки ($k_u = 13155 \text{ Дж/м}^3$ – константа одноосной анизотропии, такая, чтобы нормализованная константа анизотропии $\beta = k_u/2M_s = 1$). Диполь-дипольное взаимодействие магнитных моментов между ячейками также не учитывалось для простоты моделирования.

3. Результаты и обсуждения

В выбранной модели пленка ЖИГ намагничивалась в нормальном направлении относительно поверхности в поле $H_z = 0,35 \text{ Тл}$. Для определения спектра собственных колебаний в плоскости пленки прикладывалось переменное поле H_x :

$$H_x = h_0 \frac{\sin(f_0(t - t_0))}{f_0(t - t_0)}, \quad (1)$$

где $h_0 = 10^{-3} \text{ Тл}$; $f_0 = 40 \text{ ГГц}$, $t_0 = 0,1 \text{ нс}$. Спектр такой функции имеет постоянную амплитуду до частоты f_0 , после чего она резко спадает до нуля.

После возбуждения импульса фиксировалось поведение намагниченности от времени в течение 100 нс. Затем массив полученных данных подвергался Фурье преобразованию и в результате был получен спектр магнитных колебаний для образца пленки ЖИГ (рисунок). Спектр представляет собой набор дискретных мод. Для характеристики этих мод изучалось распределение динамической намагниченности по толщине образца. Из этих данных определена частота

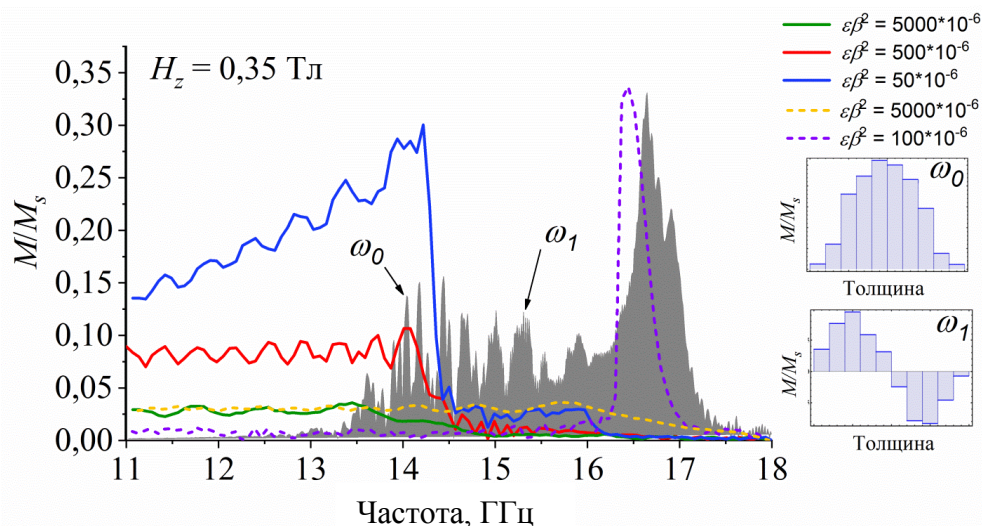
ферромагнитного резонанса $\omega_0 = 14,1$ ГГц как первой моды, где наблюдается стоячая волна с гармоническим распределением с узлами на поверхностях образца. Также была определена частота первой моды спин-волнового резонанса $\omega_1 = 15,4$ ГГц как стоячей волны с гармоническим распределением и узлами на поверхностях образца и перегибом по центру пленки. Интенсивная высокочастотная мода связана с ограничением возможных возбуждаемых длин волн размерами элементарной ячейки и является артефактом численного счета. Можно отметить, что увеличение толщины пленки ЖИГ приведет к перераспределению наблюдаемых мод за счет включения диполь-дипольного взаимодействия, это в данной работе не рассматривалось.

Эффект авторезонанса проявляется в области ниже спектра собственных магнитных колебаний системы (ФМР). Для возбуждения эффекта необходимо линейно уменьшать частоту начиная от первой моды спин-волнового резонанса и далее через ферромагнитный резонанс в область частот, где отсутствуют собственные магнитные колебания образца. При этом величина вектора динамической намагниченности должна возрастать. Магнитные колебания в пленке ЖИГ возбуждаются линейным возбуждающим переменным гармоническим полем h_0 с амплитудами 10^{-5} и 10^{-3} Тл, направленным в плоскости пленки нормально к постоянному полю намагничивания H_z . Возбуждающая частота меняется по линейному закону:

$$\omega(t) \sim \omega_{start} + \frac{\varepsilon \beta^2 \omega_0^2}{2} t, \quad (2)$$

где ω_{start} – начальная частота, выбирается как первая мода спин-волнового резонанса, а ω_{res} – частота ферромагнитного резонанса, определяемая как наименьший пик в спектре магнитных колебаний, полученных из моделирования; $\beta = k_u/2M_s$ – нормированная константа одноосевой анизотропии; ε – константа пропорциональности, характеризующая скорость изменения частоты $\varepsilon \approx 10^{-6}$ рад $^{-1}$.

В качестве начальной частоты была взята $\omega_{start} = 18$ ГГц и для ферромагнитного резонанса $\omega_0 = 14,1$ ГГц. Затем для данных частот подбирались оптимальная скорость изменения (сканирования) частоты возбуждающего гармонического линейного поля.



Расчетные спектры колебаний динамической намагниченности в пленке ЖИГ для разных скоростей сканирования $\varepsilon\beta^2$. Серый фон: спектр собственных колебаний образца пленки ЖИГ. Линиями показаны интенсивности динамической намагниченности при возбуждении авторезонанса в поле 10^{-5} Тл (сплошная линия) и 10^{-3} Тл (пунктирная линия).

На вставке справа – распределение амплитуды динамической намагниченности по толщине пленки для пиков ω_0 и ω_1

Особенностью спектров колебаний динамической намагниченности в пленке ЖИГ является зависимость от мощности возбуждающего поля, заданного по уравнению (2), и скорости изменения (сканирования) возбуждающей частоты. Таким образом, наблюдается проявление авторезонанса как это было предсказано теорией в [3]. Для минимальной скорости сканирования $\varepsilon\beta^2 = 50 \times 10^{-6}$ в направлении от максимальных к минимальным частотам наблюдается резкое увеличение амплитуды колебаний динамической намагниченности (до 30 %) на частоте 14,4 ГГц вблизи ферромагнитного резонанса, связанное с проявлением эффекта авторезонанса, затем амплитуда постепенно спадает (рисунок), но имеются ненулевые значения в области ниже 13,6 ГГц, где отсутствуют собственные колебания намагниченности. Увеличение скорости сканирования до $\varepsilon\beta^2 = 500 \times 10^{-6}$ приводит практически к частотно-независимому виду спектра колебаний, даже при достаточно высоких амплитудах динамической намагниченности. Дальнейшее увеличение скорости до $\varepsilon\beta^2 = 5000 \times 10^{-6}$ сканирования приводит к уменьшению амплитуды динамической намагниченности. При всех скоростях сканирования наблюдаются слабые осцилляции амплитуды динамической намагниченности, аналогичные наблюдаемым в статье [3].

Увеличение амплитуды возбуждающего поля до 10^{-3} Тл резко меняет спектральное поведение авторезонанса. При малых скоростях сканирования до $\varepsilon\beta^2 = 100 \times 10^{-6}$ имеется резкий максимум на артефактном пике, после чего амплитуда колебаний спадает почти до нуля. При увеличении скорости сканирования до $\varepsilon\beta^2 = 5000 \times 10^{-6}$ проявляется набор мод с колебаниями слабой интенсивности, которые почти не зависят от частоты сканирования и величины возбуждающего поля. Таким образом, можно предположить, что наблюдаемые в поле 10^{-3} Тл моды не связаны с авторезонансом.

4. Заключение

Таким образом, в работе методом микромагнитного моделирования впервые была выявлена возможность возбуждения авторезонанса в пленке ЖИГ за счет плавного изменения частоты возбуждающего поля. Показан нелинейный характер зависимости величины авторезонанса от скорости изменения и напряженности возбуждающего магнитного поля. Оценены параметры скорости изменения возбуждающей частоты для возбуждения авторезонанса и определены условия для экспериментального обнаружения эффекта в тонких пленках ЖИГ. Для эффективного возбуждения колебаний динамической намагниченности большой амплитуды в пленке ЖИГ толщиной 150 нм необходимо намагнитить пленку до насыщения в поле $H_z = 0,35$ Тл по направлению, перпендикулярному поверхности пленки. Переменное возбуждающее магнитное поле необходимо менять со скоростью $(\varepsilon\beta^2\omega_0^2)/2 \approx 350$ МГц/с.

Благодарность

Авторы благодарны к.ф.-м.н. С.В. Баталову и к.ф.-м.н. А.В. Телегину за помощь в работе над статьей.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Спин» АААА-А18-118020290104-2), при частичной поддержке мегагранта №14.Z50.31.0025 и гранта Президента РФ для молодых ученых МК-4959.2018.2.

Литература

1. Excitation of microwave guide modes by a stripe antenna / V. E. Demidov, M. P. Kostylev, K. Rott, P. Krzysteczko, G. Reiss, S. O. Demokritov // Applied Physics Letters. – 2009. – Vol. 95, no. 11. – P. 112509. – DOI: <https://doi.org/10.1063/1.3231875>.
2. Transmission of electrical signal by spin-waves interconversion in a magnetic insulator / Y. Kajiwara, K. Harii, S. Takahashi, J. Ohe, K. Uchida, M. Mizuguchi, H. Umezawa, H. Kawai,

- K. Ando, K. Takanashi, S. Maekawa, E. Saitoh // *Nature*. – 2010. – Vol. 464. – P. 262–266. – DOI: 10.1038/nature08876.
3. Batalov S. V., Shagalov A. G. Autoresonance control of a magnetization soliton // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2010. – Vol. 109, no. 1. – P. 1–6. – DOI: <https://doi.org/10.1134/S0031918X10010011>.
4. Batalov S. V., Shagalov A. G. Resonance control of solitons of spin waves. // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2013. – Vol. 114, no. 10. – P. 826–832. – DOI: <https://doi.org/10.1134/S0031918X13100025>.
5. Shamsutdinov M. A., Kalyakin L. A., Kharisov A. T. Autoresonance in a ferromagnetic film // *Technical Physics*. – 2010. – Vol. 55, no. 6. – P. 860–865. – DOI: <https://doi.org/10.1134/S1063784210060198>.
6. The design and verification of MuMax3 / A. Vansteenkiste, J. Leliaert, M. Dvornik, M. Helsen, F. Garcia-Sanchez // *AIP Advances*. – 2014. – Vol. 4. – P. 107133. – DOI: <https://doi.org/10.1063/1.4899186>.
7. Боков В. А. Физика магнетиков. – Санкт-Петербург : Издательство «Невский диалект», 2002. – 143 с.
8. Hurben M. J., Patton C. E. Theory of magnetostatic waves for in-plane magnetized anisotropic films // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1996. – Vol. 163. – P. 39–69. – DOI: 10.1016/0304-8853(95)90006-3.

Received: 12.11.2018

Revised: 12.12.2018

Accepted: 14.12.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.229-236

STUDYING A FORCE ACTION ON A FLAT BOUNDLESS BARRIER FROM A GAS GENERATOR ACTIVATED UNDERWATER

I. I. Valov^{2*} and Yu. P. Kabanov¹

¹Academician V. P. Makeyev State Rocket Centre JSC, Miass, Russian Federation

²South Ural Scientific Centre, Ural Branch of RAS, Miass, Russian Federation



src@makeyev.ru;



ofpat@mail.ru

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

The article aims to solve the problem of determination of a pressure field in liquid and a power load on elements of an object and test equipment at experimental tryout of underwater movement of objects. It presents a procedure of calculating the field of pressures on a flat barrier from the moment of underwater activation of a gas generator to touching of the barrier by a bubble. The barrier is replaced by a symmetrically arranged bubble of liquid, and the task is reduced to analyzing the movement of two spheres with varying radii and variable gas mass inside; the flow potential in this case has the form of the combination of Legendre polynomials. A law of a gas bubble evolution is derived, similar to the Rayleigh equation; the gas mass in the bubble is defined according to the Saint-Venant equation. Pressure distribution on the barrier is found using the Cauchy-Lagrange integral. The developed methodology offers the possibility of evaluating loads on a moving object and a test bench at gas generator activation.

Keywords: gas generator, pressure distribution in liquid, experimental qualification.

References

1. Milne Thomson L.N. *Theoretical Hydrodynamics*, 4th ed., London, Macmillan, 1960.
2. Kostukov A.A. *Vzaimodeistvie tel, dvizhushchikhsya v zhidkosti* [Interaction of Bodies Moving in a Liquid]. Leningrad, Sudostroenie, 1972, 310 p. (In Russian).
3. Levkovsky Y.L. *Struktura kavitatsionnykh techeniy* [Structure of Cavitation Flows]. Sudostroenie Publishing House, Leningrad, 1978. (In Russian).
4. Volkov O.V., Petrov A.G. Motion of a variable-volume sphere in an ideal fluid near a plane surface. *Fluid Dynamics*, 1971, vol. 6, iss. 5, pp 808–817. DOI: 10.1007/BF01013864.
5. Voronin V.V., Kulikov V.N. The distribution of high-pressure gas jet in water at outflow from a submerged nozzle. In: *Trudy TsAGI* [TSAGI Proceedings], 1987, no. 2384, 16 p. (In Russian).

Подана в журнал: 12.11.2018
УДК 532.5
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6. 229-236

ИССЛЕДОВАНИЕ СИЛОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ПЛОСКУЮ БЕЗГРАНИЧНУЮ ПРЕГРАДУ ПРИ ЗАПУСКЕ ПОД ВОДОЙ ГАЗОВОГО ГЕНЕРАТОРА

И. И. Валов^{2*}, Ю. П. Кабанов¹

¹Акционерное общество «Государственный ракетный центр имени академика В.П. Макеева»
1, Тургорское шоссе, г. Миасс, Российская Федерация

²Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Южно-Уральский научный центр»,
16, пр. Октября, г. Миасс, Российская Федерация

✉ src@makeyev.ru
✉ ofpat@mail.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: ofpat@mail.ru
Адрес для переписки: 16, пр. Октября, г. Миасс, 456317, Российская Федерация

Статья посвящена решению задачи определения поля давлений в жидкости и силовых нагрузок на элементы объекта и испытательного оборудования при экспериментальной отработке движения объектов под водой. Приводится методика расчетов по определению поля давлений на плоскую преграду от момента запуска под водой газового генератора до касания пузырем преграды. Преграда заменяется симметрично расположенным пузырем жидкости и задача сводится к исследованию движения двух сфер переменного радиуса с переменной массой газа в них, при этом потенциал течения представляется в виде комбинации полиномов Лежандра. Выводится закон развития газового пузыря, аналогичный уравнению Рэлея, масса газа в пузыре определяется в соответствии с уравнением Сен-Венана. Распределение давления на преграде находится с использованием интеграла Коши-Лагранжа. Построенная методика дает возможность оценить нагрузки на движущийся объект и экспериментальный стенд при запуске газового генератора.

Ключевые слова: газогенератор, поле давлений в жидкости, экспериментальная отработка.

1. Введение

При экспериментальной отработке подводного старта объектов, выходящих с подводных лодок, очень часто возникает необходимость определить поле давлений в жидкости и силовые нагрузки на элементы объекта и испытательного оборудования. Настоящая работа посвящена построению методики расчета силового воздействия струи на преграду при запуске газогенератора под водой от момента прорыва заглушки до подхода границы пузыря к поверхности преграды.

Поиск точного решения большинства практических задач гидродинамики, описываемых системами нелинейных дифференциальных уравнений (как правило, в форме задачи Коши или уравнений Навье-Стокса), сопряжен с большими трудностями, поэтому специалисты часто обращаются к численным методам решения. При этом для практика-экспериментатора, сталкивающегося с необходимостью в сжатые сроки спланировать и провести серию экспериментов, актуальна задача описания исследуемого процесса инженерной математической моделью, допускающей меньшую точность решения по сравнению с решением, полученным с помощью более точных сеточных методов, но позволяющей предсказать характер исследуемого процесса, диапазоны и периоды нарастания измеряемых величин, а также за короткое время просчитать несколько вариантов с различными условиями эксперимента.

Инженерная модель развития газовой каверны, формируемой при выходе объекта из расположенной под водой стартовой установки, построена в монографии [6], а в работе [7] рассматриваются алгоритм решения задачи методом конечных элементов и приводятся результаты расчета. Построению и практической реализации методов решения задач механики сплошных сред, описывающих высокоинтенсивные процессы, сопровождающиеся значительным изменением одной из величин за малые промежутки времени, посвящены исследования [8, 9]. Полученные результаты дают возможность существенно повысить точность решения и сократить необходимое для расчета время. Задача о движении в жидкости двух газовых сфер постоянного радиуса вдоль линии их центров рассматривалась в работах [1, 2], а движение пузырьков переменного радиуса с постоянной массой заключенных в них газов – в работах [3, 4]. В настоящей работе на основе модификации известных методов и математических моделей рассматривается движение двух сфер переменного радиуса с переменной массой газа и представлением потенциала течения в виде комбинации полиномов Лежандра. Задача ставится в форме Коши.

2. Постановка задачи и методы решения

Рассмотрим процесс взаимодействия струи с жидкостью от момента прорыва заглушки (рис. 1).

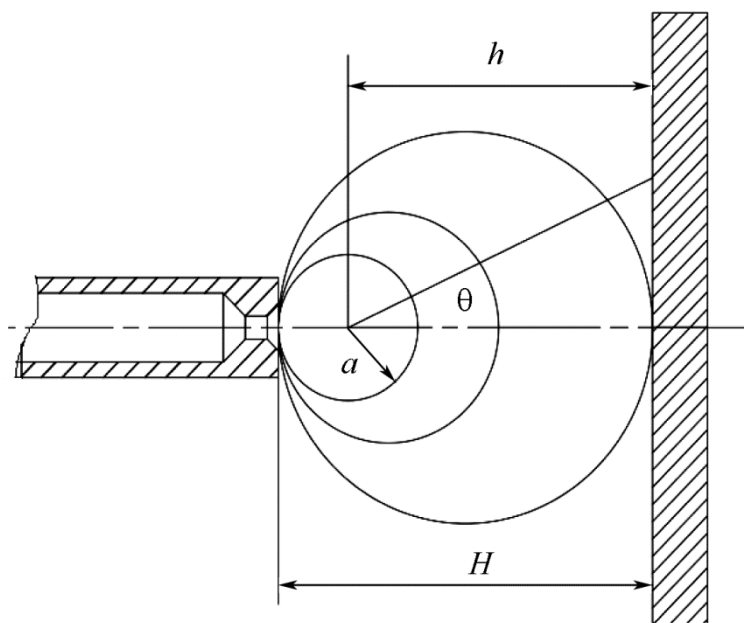


Рис. 1. Схема эксперимента

После прорыва заглушки у среза сопла в жидкости формируется газовый пузырь, который, развиваясь, воздействует на преграду, находящуюся на расстоянии H от среза сопла. Задача решается при следующих допущениях:

- форма газового пузыря остается близкой к сферической, текущее расстояние от центра пузыря до преграды h связано с радиусом пузыря a как $h = H - a$. В силу кратковременности исследуемого процесса всплытием пузыря пренебрегаем;
- жидкость невязкая и несжимаемая, движение жидкости потенциальное. До начала запуска вода находится в состоянии покоя.

В этих предположениях определение воздействия струи на преграду можно свести к задаче о движении двух сфер переменного радиуса вдоль линии их центров (рис. 2), т. е. преграда заменяется симметрично расположенным пузырем в жидкости.

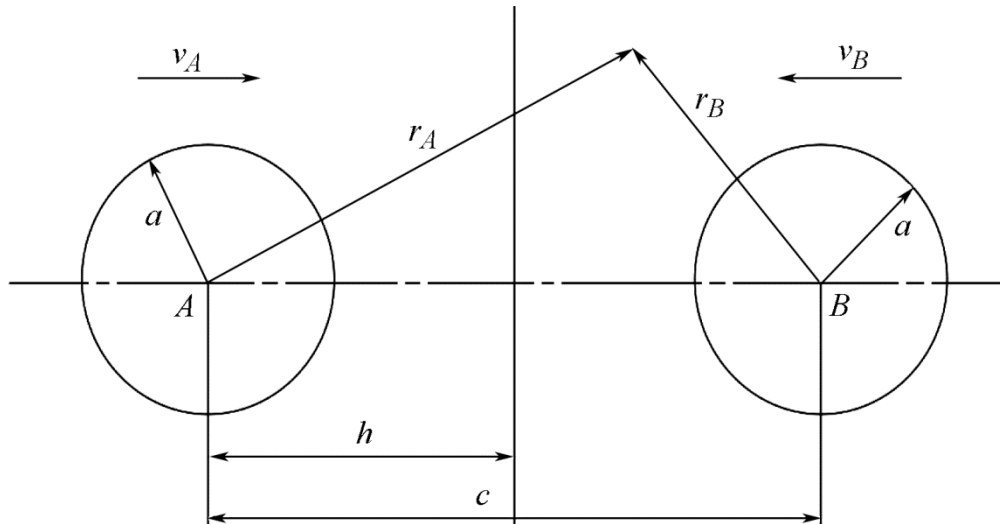


Рис. 2. Моделирование течения

Пусть сферы движутся навстречу друг другу с одинаковыми скоростями $v_A = v_B$. Расстояние между центрами шаров $c = 2h$. Потенциал скорости течения жидкости запишем в виде

$$\Phi = \Phi_A + \Phi_B,$$

где каждая из функций удовлетворяет уравнению Лапласа и следующим граничным условиям:

- производные по коэффициентам функций Φ_A и Φ_B на бесконечности обращаются в ноль;
- на поверхности сфер

$$\left(\frac{\partial \Phi_A}{\partial r_A} \right)_{r_A=a} = \dot{a} + v_A \cos \theta_A;$$

$$\left(\frac{\partial \Phi_B}{\partial r_A} \right)_{r_A=b} = 0;$$

$$\left(\frac{\partial \Phi_A}{\partial r_B} \right)_{r_B=b} = 0;$$

$$\left(\frac{\partial \Phi_B}{\partial r_B} \right)_{r_B=b} = \dot{b} + v_B \cos \theta_B.$$

Таким образом, Φ_A представляет значение потенциала скорости для случая, когда сфера с центром в точке A движется со скоростью v_A по направлению к сфере с центром

в точке B , в то время как сфера с центром в точке B находится в покое. Аналогичный смысл имеет и функция Φ_B .

Ограничимся рассмотрением расстояния вдоль преграды $r < c$, используя соотношения [2]:

$$\frac{1}{r_A} = \frac{1}{c} \left[1 + \frac{r_B}{c} P_1(\cos \theta_B) + \frac{r_B^2}{c^2} P_2(\cos \theta_B) + \dots \right];$$

$$r_A \cos \theta_A = c - r_B \cos \theta_B.$$

Представим потенциал течения в виде

$$\Phi = a^2 \dot{a} \left(\frac{1}{r_A} + \frac{1}{r_B} \right) + \frac{a^3}{2} \left[v_A + \frac{a^2}{c^2} \left(\dot{a} + \frac{a}{c} v_A \right) \right] +$$

$$\left[\frac{P_1(\cos \theta_A)}{r_A^2} + \frac{P_2(\cos \theta_B)}{r_B^2} \right] + \frac{2a^7}{3c^2} \left(\dot{a} + \frac{3a}{2c} v_A \right) \left[\frac{P_2(\cos \theta_A)}{r_A^3} + \frac{P_2(\cos \theta_B)}{r_B^3} \right] + \dots$$

$P_n(\cos \theta)$ – полиномы Лежандра,

$$P_1(\cos \theta) = \cos \theta, \quad P_2(\cos \theta) = \frac{3 \cos^2 \theta}{2}, \quad P_n(x) = \frac{1}{2^n n!} \frac{d^n}{dx^n} [(x^2 - 1)^n].$$

Вблизи сферы A потенциал потока можно представить в виде

$$\Phi = a^2 \dot{a} \left(\frac{1}{r_A} + \frac{1}{c} \left[1 + \frac{r_A}{c} P_1(\cos \theta_A) + \frac{r_A^2}{c^2} P_2(\cos \theta_A) + \dots \right] \right) +$$

$$+ \frac{a^3}{2} \left[v_A + \frac{a^2}{c^2} \left(\dot{a} + \frac{a}{c} v_A \right) \right] \left\{ \frac{P_1(\cos \theta_A)}{r_A^2} + \frac{1}{c^2} \left[1 + \frac{2r_A}{c} P_1(\cos \theta_A) + \frac{3r_A^3}{c^2} P_2(\cos \theta_A) + \dots \right] \right\} + \dots$$

В условиях нашей задачи

$$v_A = v_B = v, \quad v = -\dot{h} = \dot{a}, \quad h = H - a, \quad \dot{a} = -\dot{h}.$$

С учетом этого потенциал течения около газового пузыря

$$\Phi = a^2 \dot{a} \left\{ \frac{1}{r} + \frac{1}{2h} \left[1 + \frac{r}{2h} P_1(\cos \theta_A) + \frac{r^2}{4h^2} P_2(\cos \theta_A) + \dots \right] \right\} +$$

$$\frac{a^3}{2} \left[\dot{a} + \frac{a^2}{4h^2} \left(\dot{a} + \frac{a}{2h} \dot{a} \right) \right] \left\{ \frac{P_1(\cos \theta_A)}{r^2} + \frac{1}{4h^2} \left[1 + \frac{r}{h} P_1(\cos \theta_A) + \frac{3}{4} \frac{r^2}{h^2} P_2(\cos \theta_A) + \dots \right] \right\} + \dots$$

Используя интеграл Коши-Лагранжа, можно определить давление около газового пузыря

$$\frac{P - P_0}{\rho} = \frac{\partial \Phi}{\partial t} - \frac{1}{2} \left[\left(\frac{\partial \Phi}{\partial r} \right)^2 + \left(\frac{1}{r} \frac{\partial \Phi}{\partial \theta} \right)^2 \right]. \quad (1)$$

В уравнении (1) члены, не зависящие от угла θ , определяют общее расширение газового пузыря:

$$\frac{P_{\text{пуз}} - P_0}{\rho} = a\ddot{a} \left(1 - \frac{a^2}{4h^2} + \frac{1}{12} \frac{a^3}{h^3} \right) + \dot{a}^2 \left(\frac{3}{2} + \frac{a}{h} - \frac{19}{24} \frac{a^3}{h^3} + \frac{1}{8} \frac{a^2}{h^2} \right) \quad (2)$$

с точностью до членов $\frac{a^4}{h^4}$ порядка малости.

Используя уравнение состояния идеального газа, получим дифференциальное уравнение второго порядка относительно a :

$$a\ddot{a} \left(1 - \frac{a^2}{h^2} + \frac{1}{12} \frac{a^3}{h^3} \right) + \dot{a}^2 \left(\frac{3}{2} + \frac{a}{h} + \frac{1}{8} \frac{a^2}{h^2} - \frac{19}{24} \frac{a^3}{h^3} \right) = \frac{GRT}{\frac{4}{3}\pi\rho a^3} - \frac{P_0}{\rho} \quad (3)$$

с начальными условиями при $t = 0$

$$\begin{aligned} a &= a_0 \\ \dot{a} &= 0 \\ \ddot{a} &= \frac{(P_1 - P_0)}{\rho a_0 \left(1 - \frac{a_0^2}{4h^2} + \frac{1}{12} \frac{a_0^3}{h^3} \right)} \approx \frac{P_1 - P_0}{\rho a_0}. \end{aligned}$$

Здесь G – суммарный вес газов в пузыре

$$G(t) = \int_0^t \dot{G} dt.$$

Температура газа в пузыре T изменяется в соответствии с законом [5]:

$$\frac{dT}{dt} = \frac{1}{G} \left[\dot{G} (k * T_{KC} - T) - \frac{P}{c_v} 2\pi a \dot{a} \right]. \quad (4)$$

Разрешая уравнение (3) с учетом (2) и (4), получим зависимость a , $\dot{a}$, $\ddot{a}$ как функцию времени t , при этом расход газов из газогенератора определяется по формулам Сен-Венана с учетом противодействия в газовом пузыре:

$$\dot{G} = \begin{cases} \mu CD, & \text{если } \frac{P_0}{P_{KC}} > \left(\frac{2}{k+1} \right)^{\frac{k}{k-1}} \\ \mu C, & \text{если } \frac{P_0}{P_{KC}} \leq \left(\frac{2}{k+1} \right)^{\frac{k}{k-1}} \end{cases}, \quad (5)$$

где

$$C = SP_{KC} \left(\frac{2}{k+1} \right)^{\frac{k+1}{2(k-1)}} \sqrt{\frac{k}{RT_{KC}}}$$

$$D = \sqrt{\frac{2}{k-1} \left(\frac{k+1}{2} \right)^{\frac{k+1}{k-1}} \left(\frac{P_0}{P_{KC}} \right)^{4k} \left[1 - \left(\frac{P_0}{P_{KC}} \right)^{\frac{k-1}{k}} \right]}$$

S – площадь минимального (критического) сечения сопла; μ – коэффициент расхода; P_{KC} , T_{KC} – давление и температура в камере сгорания газового генератора соответственно; k – показатель адиабаты продуктов сгорания.

Учитывая связь между точками в системе координат, связанных с пузырем $r_A \cos \theta_A = c - r_B \cos \theta_B$, а также соотношения

$$v = -\dot{h} = \dot{a}; \quad \dot{\theta} = \frac{v \sin \theta}{r}; \quad c = 2h$$

и используя уравнение Коши-Лагранжа, получим выражение для распределения давления на преграде P_n

$$\frac{P_n - P_0}{\rho} = \frac{\partial \Phi}{\partial t} - \frac{1}{2} \left[\left(\frac{\partial \Phi}{\partial r} \right)^2 + \left(\frac{1}{r} \frac{\partial \Phi}{\partial \theta} \right)^2 \right],$$

где

$$\begin{aligned} \frac{\partial \Phi}{\partial t} = & \frac{a^2 \ddot{a}}{(H-a)} \cos \theta \left[2 + \frac{a \cos^2 \theta}{(H-a)} \left(1 - \frac{a^2}{4(H-a)^2} \right) \right] + \frac{4a\dot{a}^2 \cos \theta}{(H-a)} + \frac{5a^2 \dot{a} \cos^3 \theta}{(H-a)^2} \left(1 + \frac{a^2}{4(H-a)^2} \right) + \\ & + \frac{a^3 \dot{a}^2 \cos^3 \theta}{(H-a)^3} (2 \cos^2 \theta - \sin^2 \theta) \left(1 + \frac{a^2}{4(H-a)^2} \right) \end{aligned}$$

$$\frac{\partial \Phi}{\partial r} = \frac{a^2 \dot{a} \cos \theta}{(H-a)^2} (1 - \cos \theta) \left[1 - \frac{a}{(H-a)} + \frac{a^3}{4(H-a)^3} \right];$$

$$\frac{1}{r} \frac{\partial \Phi}{\partial \theta} = \frac{a^2 \dot{a} \sin \theta}{(H-a)^2} \left[1 - \frac{a \cos \theta}{(H-a)} + \frac{a^3 \cos \theta}{(H-a)^3} + \frac{a^4 \cos \theta}{(H-a)^3} \right].$$

Окончательное выражение для избыточного давления на преграде запишется как

$$\begin{aligned} \frac{\Delta P_n}{\rho} = & \frac{a^2 \ddot{a}}{(H-a)} \cos \theta \left[2 + \frac{a \cos^2 \theta}{(H-a)} + \frac{a^3 \cos^2 \theta}{4(H-a)^3} \right] + \\ & + \frac{a \dot{a}^2 \cos \theta}{(H-a)} \left\{ \left[4 + \frac{5a \cos^2 \theta}{(H-a)} + \frac{5a^3 \cos^2 \theta}{4(H-a)^3} \right] + \frac{a^2 \cos^2 \theta}{(H-a)^2} (2 \cos^2 \theta - \sin^2 \theta) \left(1 + \frac{a^2}{4(H-a)^2} \right) \right\} - \\ & - \frac{a^4 \dot{a}^2 H^2}{(H-a)^6} \left\{ (1 - \cos \theta)^2 + \sin^2 \theta \left[1 - \frac{a}{H} (1 - \cos \theta) \right]^2 \right\} \end{aligned} \quad (6)$$

Подставляя в выражение (6) значение радиуса, скорости и ускорения изменения радиуса пузыря, можно найти значение давления на преграде в любой точке, находящейся на расстоянии $r = (H-a) \operatorname{tg} \theta$ от центра преграды. При этом следует учесть, что полученные формулы справедливы при $r < 2h$, что на момент касания пузырем преграды составляет $r < \frac{3}{2}H$.

3. Заключение

Приведенная методика расчета дает возможность определить поле давлений при запуске под водой газового генератора и оценить влияние ряда конструктивных параметров на возникающие при этом нагрузки на модель объекта и экспериментальный стенд.

Литература

1. Милн-Томпсон Л. М. Теоретическая гидродинамика / пер. с английского. – М. : Мир, 1964. – 660 с.
2. Костюков А. А. Взаимодействие тел, движущихся в жидкости. – Л. : Судостроение, 1972. – 310 с.
3. Левковский Ю. Л. Структура кавитационных течений. – Л. : Судостроение, 1978. – 224 с.
4. Voinov O. V., Petrov A. G. Motion of a variable-volume sphere in an ideal fluid near a plane surface // Fluid Dynamics. – 1971. – Vol. 6, iss. 5. – P. 808–817. – DOI: 10.1007/BF01013864.
5. Воронин В. В., Куликов В.Н. Распространение высоконапорной газовой струи в воде при истечении из затопленного сопла // Труды ЦАГИ, вып. 2384. – М. : 1987.

Received: 01.10.2018

Revised: 27.11.2018

Accepted: 30.11.2018

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.237-248

A STUDY OF GAS PIPELINE EMERGENCY FAILURE

D. V. Novgorodov^{a)*}, V. G. Rybalko^{b)}, A. S. Shleenkov^{c)}, and A. Yu. Surkov^{d)}

*M. N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, Russian Federation*

- a)  <https://orcid.org/0000-0002-5151-8710>  danil_@inbox.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0003-4045-8967>  vgrifm@mail.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0002-6135-1504>  shleenkov@imp.uran.ru;
d)  <https://orcid.org/0000-0002-9281-687X>  surkov@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: danil_@inbox.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620990, Russian Federation

The paper presents the results of studying the causes of emergency failure of a gas pipeline with a diameter of 377 mm and a wall thickness of 6 mm (spiral-welded pipe). The gas pipeline has been operated for more than 35 years. In the process of the study, metal-fractographic analysis and mechanical tests were carried out. As a result, it has been established that the pipe material corresponds to the design solutions and that the overload is not associated with the growth of internal pressure. The reason for the force overload in the fracture zone is the ground instability caused by seasonal temperature fluctuations. The analysis of the causes of emergency failure makes it possible to improve the reliability of the pipeline through measures aimed at reducing off-design loads.

Keywords: gas pipeline, emergency failure, testing, research methods, fracture, strength calculation, force overload.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment from FASO Russia on the subject of Diagnostics, No. AAAA-A18-118020690196-3.

References

1. Nikolaeva M.V., Atlasov R.A., Filippova M.D. Analysis of the causes of emergency situations at gas pipelines in permafrost. *Vestnik of North-Eastern Federal University: Earth Sciences Series*, 2017, vol. 4 (08), pp. 47–53. (In Russian).
2. Revazov A.M. Analysis of emergency and accidental situations at the main gas pipeline facilities, and the measures to prevent their occurrence and reduce the consequences. *Upravlenie Kachestvom v Neftegazovom Komplekse*, 2010, vol. 1, pp. 68–70. (In Russian).
3. Bolshakov A.M., Golikov N.I., Syromyatnikova A.S., Alekseev A.A., Tikhonov R.P. Fracture and Damage of Oil and Gas Industry Constructions in Long-Term Operation. *Gaz. Promysh.*, 2007, vol. 7, pp. 89–91. (In Russian).
4. Chuhareva N.V., Mironov S.A., Tikhonova T.V. Analysis of accident causes in pipeline operation in the Far North during the period from 2000 to 2010. *Elektronnyi nauchnyi zhurnal "Neftegazovoe Delo"*, 2011, no. 3, pp. 231–243. Available at: http://www.ogbus.ru/authors/Chuhareva/Chuhareva_1.pdf
5. Sageeva Z.Z., Khayrullin R.Z. Analysis of emergency situations on the linear part of gas mains. *Science Almanac*, 2017 no. 4–3 (30). (In Russian).

6. Gostinin I.A., Viryasov A.N., Semenova M.A. The analysis of emergencies on linear part of the main gas pipelines. *Inzhenernyi Vestnik Dona.*, 2013, no. 2. (In Russian). Available at: ivdon.ru/ru/magazine/archive/n2y2013/1618
7. Savonin S.V., Moskalenko A.V., Tyunder A.V., Knyazev S.E., Arsenteva Z.A. Analysis of the major causes of failures that have occurred on main gas pipelines. *Neft i Gaz Sibiri*, 2015, vol. 4 (21), pp. 112–121. (In Russian).
8. Daunis M.A., Timofeev B.T. Some features of assessment of low-cycle fatigue of welded joints in power engineering. *Scientific and Technical Journal "Problems of Materials Science"*, 2007, vol. 3 (51), pp. 127–140. (In Russian).
9. Berg V.I., Chekardovskiy M.N., Yakubovskaya S.V., Toropov V.S. Influence of heterogeneity of mechanical properties of various zones of the welded butt joints work connections in elastic-plastic deformation stage. *Modern Problems of Science and Education*, 2015, vol. 2 (part 3). (In Russian). Available at: <https://science-education.ru/en/article/view?id=23518>
10. Akulov A.I., Alekhin V.P., Ermakov S.I., Polevoy G.V., Rybachuk A.M., Chernyshov G.G., Yakushin B.F. *Tekhnologiya i Oborudovanie Svarki Plavleniem i Termicheskoy Reзки* [Technology and Equipment for Fusion Welding and Thermal Cutting, A.I. Akulov, ed.]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2003, 560 p.
11. SNiP 2.05.06-85. *Magistralnye truboprovody* [Trunk Pipelines]. Moscow, Stroyizdat Publ., 1997, 59 p. (In Russian).
12. SP 36.13330.2012: *Svod pravil. Magistralnye truboprovody* [Code of Practice. Trunk Pipelines]. Moscow, Gosstroy Publ., 2012, 97 p. (In Russian).

Подана в журнал: 01.10.2018

УДК 620.179.143

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.237-248

ИССЛЕДОВАНИЕ АВАРИЙНОГО РАЗРУШЕНИЯ ГАЗОПРОВОДА

Д. В. Новгородов^{а)*}, В. Г. Рыбалко^{б)}, А. С. Шлеенков^{в)}, А. Ю. Сурков^{г)}

*Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
ул. С. Ковалевской 18, г. Екатеринбург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-5151-8710>  danil_@inbox.ru ;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0003-4045-8967>  vgrifm@mail.ru;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0002-6135-1504>  shleenkov@imp.uran.ru ;

^{г)}  <https://orcid.org/0000-0002-9281-687X>  surkov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. E-mail: danil_@inbox.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация

В представленной статье приведены результаты исследования причин аварийного разрушения газопровода диаметром 377 мм с толщиной стенки 6 мм, труба спиральношовная. Газопровод эксплуатируется более 35 лет. В процессе исследования проводился металлографический анализ и механические испытания. В результате установлено, что материал трубы соответствует проектным решениям, перегрузка не связана с ростом внутреннего давления. Причиной силовой перегрузки в зоне разрушения является грунтовая неустойчивость, вызванная сезонным колебанием температур. Анализ причин аварийного разрушения позволяет повысить надежность работы трубопровода с помощью проведения мероприятий, направленных на снижение нештатных нагрузок.

Ключевые слова: газопровод, аварийные разрушение, испытание, методы исследование, излом, расчет на прочность, силовая перегрузка.

1. Введение

Наибольшая часть газотранспортной системы России была построена в 70–80 гг. прошлого века. Строились трубопроводы в основном большого диаметра, газопроводы-отводы строились одновременно с ними и продолжают строиться сегодня, расширяя перечень населенных пунктов, которые становятся газифицированы. Основная часть газопроводов выполнена по схеме подземной прокладки и имеет схожие условия работы в одном регионе. И если анализ причин аварийного разрушения газопроводов 1000–1400 диаметра довольно подробно описан [1–4], то о причинах аварий на трубопроводах малого диаметра количество данных ограничено. В статье мы проведем исследование о причинах аварийного разрушения, которое произошло на газопроводе-отводе выполненного из спиральношовной трубы наружным диаметром 377 и толщиной стенки 6 мм. Сведения о реальных причинах аварии позволят газотранспортным предприятиям учитывать условия эксплуатации и возможные риски при планировании диагностических работ и предупредительных мероприятий, для снижения вероятностей аналогичных аварий. Для исследования эксплуатирующей организацией были предоставлены фрагменты с места аварии, в том числе: четыре со следами разрушения (деформации) (рис. 1) и два с неповрежденного места для оценки механических свойств. Оценка механических свойств проводилась на стандартных образцах (рис. 2). I типа номер 21 [ГОСТ 1497-84].

Осмотр разрушенных участков установил, что магистральная трещина началась с основного металла тела трубы, рост происходил по телу трубы и границам сварного шва.

При визуальном осмотре внешней и внутренней стороны фрагментов, а также при их сканировании с применением вихретокового дефектоскопа ВК-1 было выявлено, что поверхность не содержит коррозионных повреждений и трещин.

На внешней поверхности трубы присутствует протяженная деформационная полоса (след от ролика), которая представляет собой уступ с параметрами глубины – 0,5 мм и ширины – 5 мм рис. 3 а. Данный след располагается вдоль сварочного шва на расстоянии 15 мм от границы сплавления. Следует отметить, что магистральная трещина развивалась независимо со следом от ролика. Именно поэтому нельзя сказать, что данное механическое повреждение является главным фактором разрушения.

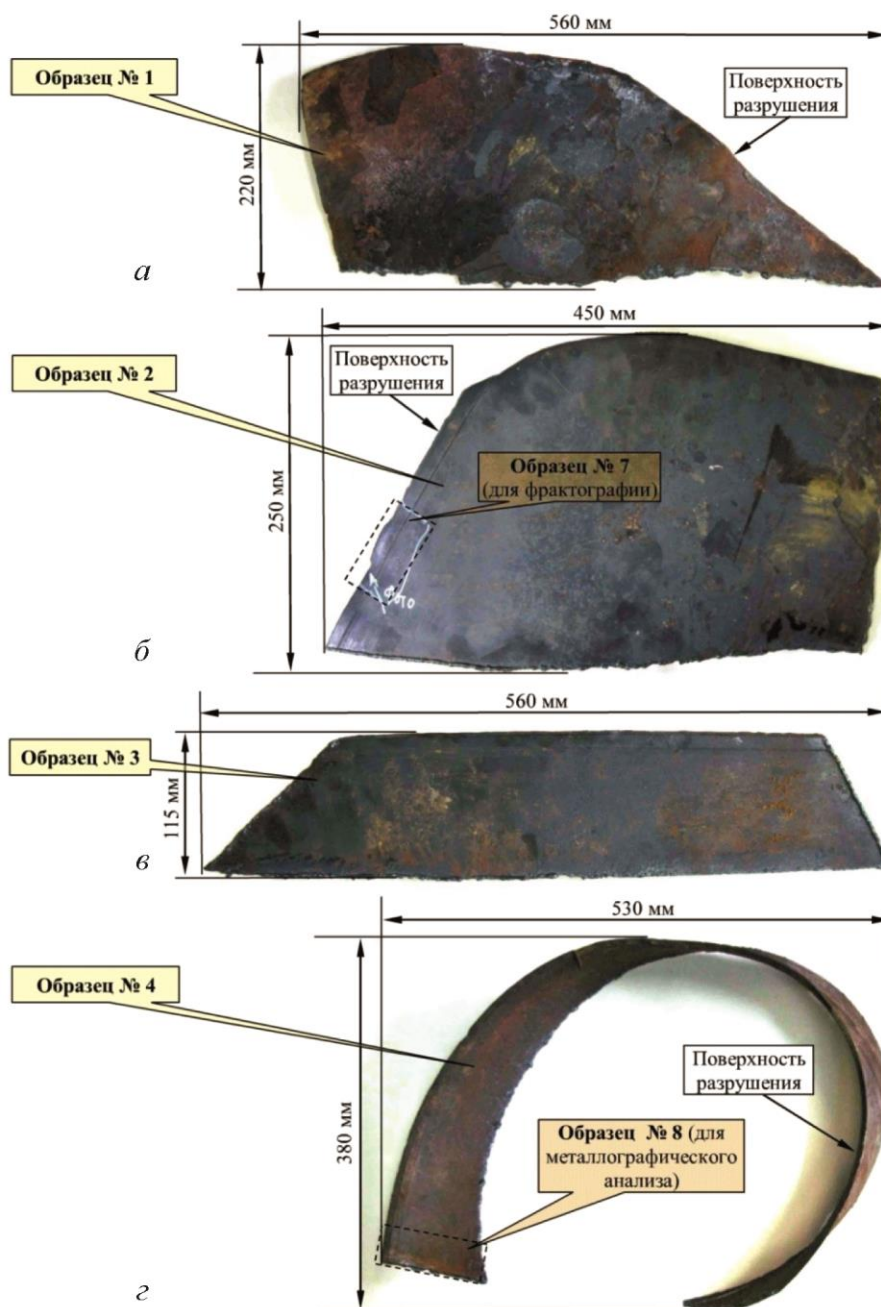
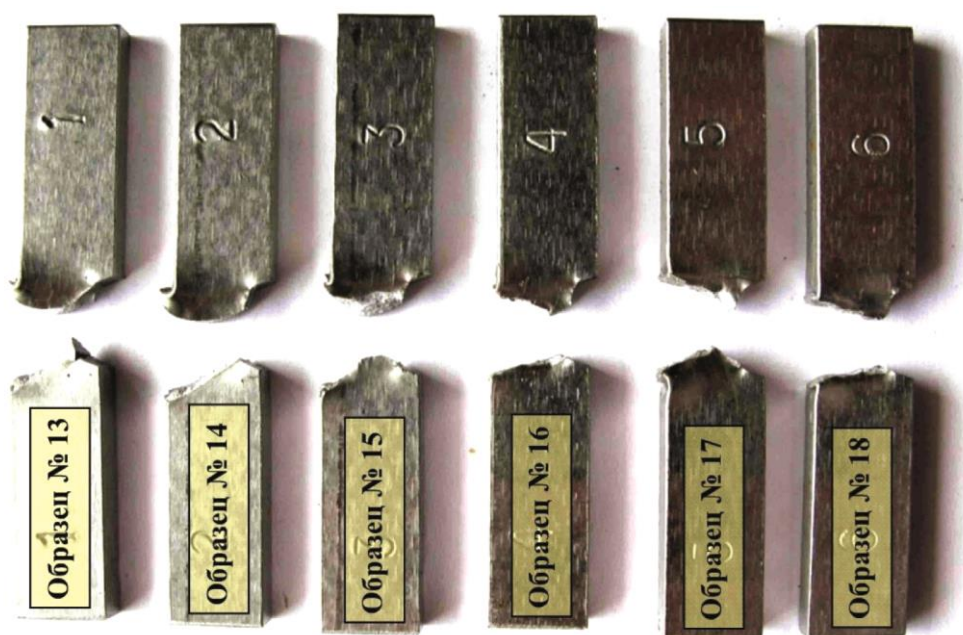


Рис. 1. Фрагменты (образцы) аварийной трубы (377×6 мм), представленные для лабораторных исследований



a



б

Рис. 2. Общий вид образцов для испытаний: *a* – образцы для испытаний на растяжение; *б* – образцы для испытаний на ударный изгиб.

Глубокий след от ролика (0,5 мм) свидетельствует о том, что при изготовлении применялся избыточно силовой метод для подгибания кромки трубы, либо трубопрокатное оборудование было неисправно. Это привело к тому, что в шве и околошовной зоне возникли высокие остаточные напряжения.

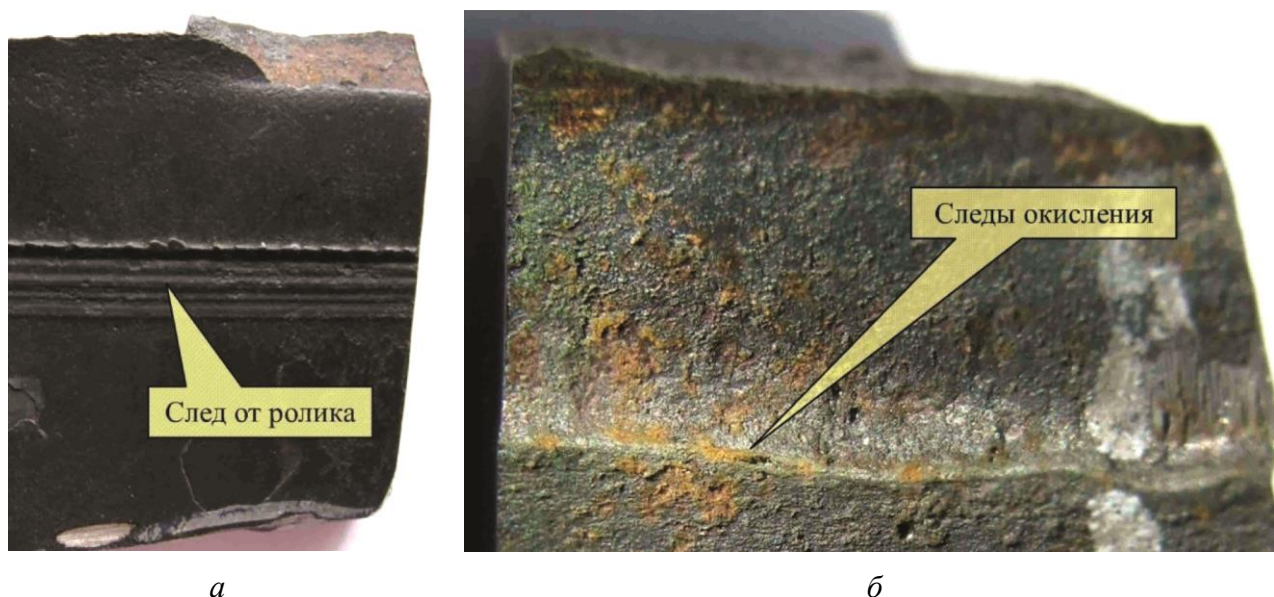


Рис. 3. Дефекты на поверхности трубы и сварном соединении: *а* – след от ролика глубиной 0,5 мм; *б* – следы окисления шва

В процессе изучения было обнаружено наличие следов окисления на наружной поверхности сварного соединения. Следы представлены в виде коротких участков, которые имеют длину 2–3 мм и глубину 0,3–0,5 мм (рис. 3 б). Это свидетельствует о сниженной прочности сварного соединения. Можно предположить, что причиной разрушения магистральной трубы могла послужить перегрузка относительно проектного нормативного уровня, так как не были выявлены следы коррозии и механических повреждений. При исследовании разрушенной поверхности было выявлено, что она ориентирована под углом 45 град. к поверхности трубы, шероховатая и вязкая по типу среза – следствие перегрузки. В этом случае сам факт разрушения определяется величиной перегрузки, а разрушение – наличием ослабленного сечения. Принято считать, что прочность металла в сварных соединениях (зона шва) может быть несколько меньше, чем прочность основного металла, и варьироваться в пределах 20–25 %. [8] Если не обнаружено других дефектов, необходимо определять положение места начала разрушения по границе сварного шва [9, 10].

Исследование разрушенной поверхности выявило короткий участок излома, длина которого составляет 45 мм. Данный участок отличается от других участков пространственной ориентацией на 90° и фактурой излома. При этом фактура излома представлена продольной слоистостью при вязком разрушении (рис. 4). Стоит отметить, что на этом участке трубы минимальной толщиной стенки является показатель 5 мм, при этом на соседних участках – 5,5 мм. Такие показатели могут свидетельствовать о большей степени пластической деформации, которая предшествовала разрушению на участке очага.

В пользу предположения, что именно этот участок является очагом разрушения указывает и тот факт, что трещина, в случае ее роста с другого участка, не могла (из соображений минимума энергетических затрат на распространение) дважды изменить направление(ориентацию) на коротком участке длиной 45 мм. Для того чтобы объяснить природу возникновения излома на участке можно предположить, что именно он является местом начала разрушения и именно от него образовалась трещина первоначально при пластическом деформировании по толщине стенки, после чего распространилась в другие стороны от начала в продольном направлении. Объяснить строение излома на данном участке можно только предположив, что это есть очаг разрушения, от которого трещина образовалась вначале при пластическом деформировании по толщине стенки, затем распространялась в обе стороны от очага в продольном направлении.

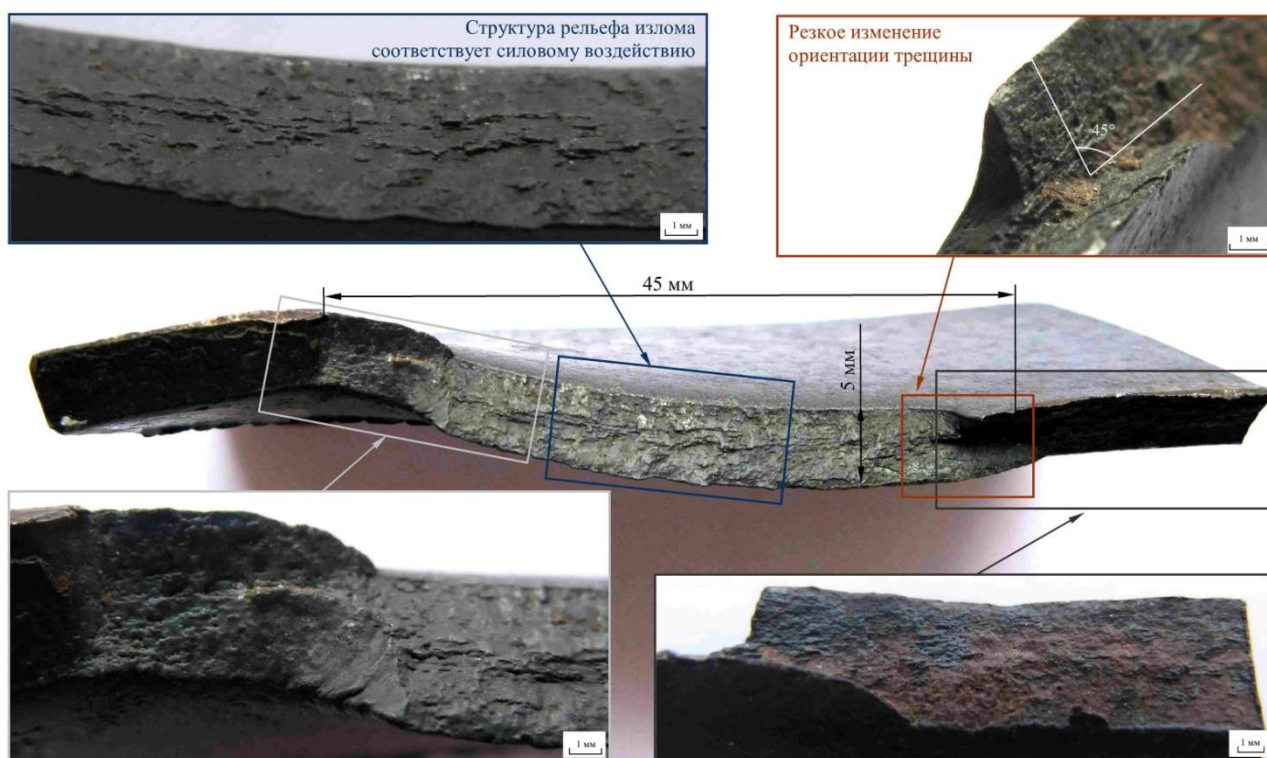


Рис. 4. Общий вид излома стенки аварийной трубы (участок силового воздействия), образец № 7

Характеристикой, несущей способности при разрушении трубы, является предел прочности материала. При отсутствии достоверных данных о фактическом уровне действующих напряжений расчет на прочность выполняется в предположении равномерного распределения напряжений от внутреннего давления по сечению трубы. Максимальные напряжения от внутреннего давления P кольцевые, поэтому разрушение трубы с диаметром D и толщиной стенки t произойдет разрывом вдоль осевой линии. Разрушение наступит, когда кольцевые напряжения σ_k достигнут по значению величины предела прочности σ_b в нетто – сечении стенки трубы:

$$\sigma_k = \frac{P(D-2t)}{2t} = \sigma_b.$$

При наличии продольной трещины глубиной h и длиной L условие прочности можно переписать в виде зависимости критической глубины трещины h от длины дефекта и давления эксплуатации, при достижении которой произойдет разрыв стенки трубы по толщине:

$$h = t \sqrt{\frac{D}{L} \left(1 - \frac{(D-2t)}{2t\sigma_b} \right)}.$$

На рис. 5 представлен график зависимости между длиной и глубиной трещины, при достижении которых для трубы 377×6 мм при давлении 5,4 МПа произойдет разрыв по толщине стенки.

Видно, что при минимальных значениях длины дефекта 150–200 мм критическая трещина для разрыва по толщине стенки должна быть практически сквозной. Поскольку дефекты указанных размеров на представленных фрагментах (образцах) не обнаружены, можно полагать, что причина разрушения прямо не связана с уровнем внутритрубного давления. Следовательно, кроме внутреннего давления были и другие воздействия. В нормативной документации [11, 12] при расчете критического напряжения необходимо кроме внутреннего давления учитывать также изгибные напряжения и напряжения от температурных перепадов. Учитывая срок наработки газопровода более трех десятков лет, можно достаточно достоверно предположить о малозначительности температурного перепада при расчете напряжений. Таким образом, остается влияние изгибных напряжений, которые суммируясь с остальными нагрузками, достигли значения предела прочности стали и вызвали разрушение. По нашему мнению, наиболее вероятной причиной возникновения силовой перегрузки и возникновения значительных изменений может быть грунтовая неустойчивость в виде пучения грунта от сезонных перепадов температуры.

Для оценки соответствия материала трубы нормативным требованиям и оценки механических свойств проводились стандартные механические испытания.

Исследование качества материала аварийной трубы показало, что материал трубы соответствует элементному составу качественной углеродистой стали (Сталь 20). Сравнение полученных результатов с данными сертификата и ГОСТ 1050-74 приведены в табл. 1. Для определения элементного состава (марки стали) был применен спектрометр «SPECTRO TEST».

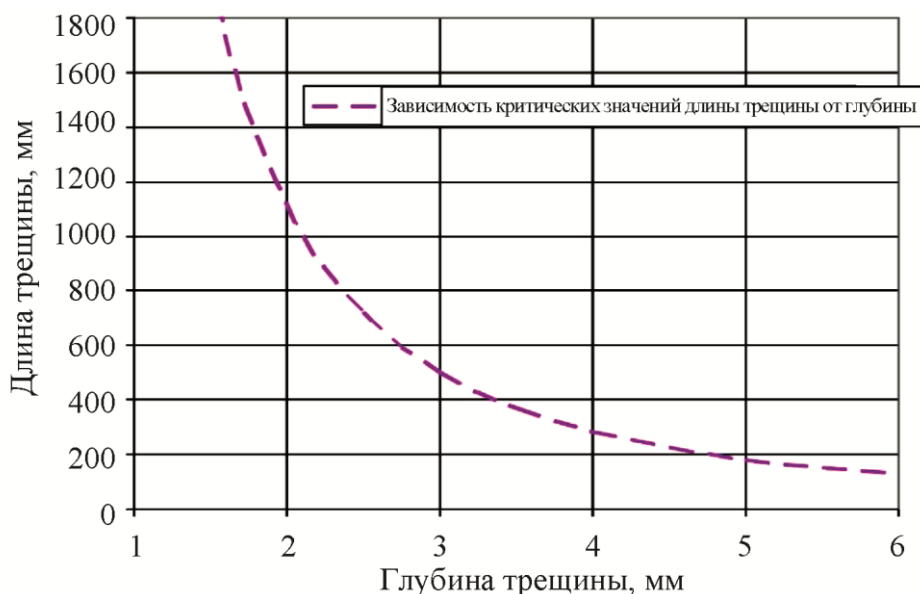


Рис. 5. Критические размеры трещин (труба 377×6 мм, сталь 20, давление 5,4 МПа)

Металлографический анализ материала аварийной трубы, проведенный на образце № 8, вырезанном в зоне ее разрушения, показал, что структура основного металла трубы – феррито-перлитная смесь (рис. 6 а), соответствует структуре стали 20 в отожженном состоянии. Структура металла ОШЗ (околошовной зоны) (рис. 6 в) и металла сварных швов (рис. 6 б, г) типична для сварного соединения. Дефектов в плоскости исследованного шлифа не выявлено. При этом наблюдается повышенная неоднородность по размеру ферритных зерен и дисперсности выделений перлита, что является следствием температурного воздействия (горения трубы). Поверхность разрушения проходит через ОШЗ от границы сплавления нижнего сварного шва к наружной поверхности трубы на расстоянии 3 мм от верхней границы сплавления (под углом 45°).

Таблица 1 – Химический состав материала трубы

Место отбора образцов	Химические элементы, %							
	C	Si	Mn	S	P	Cu	Cr	Ni
Труба 377×6 мм	0,205	0,198	0,444	–	–	0,105	0,074	0,068
По сертификату № 429–1	0,19	–	0,49–0,51	0,016–0,020	0,016–0,024	–	0,25–0,30	–
ГОСТ 1050-74, Сталь 20	0,17–0,24	0,17–0,37	0,35–0,65	не более 0,04	не более 0,035	не более 0,25	не более 0,25	не более 0,25

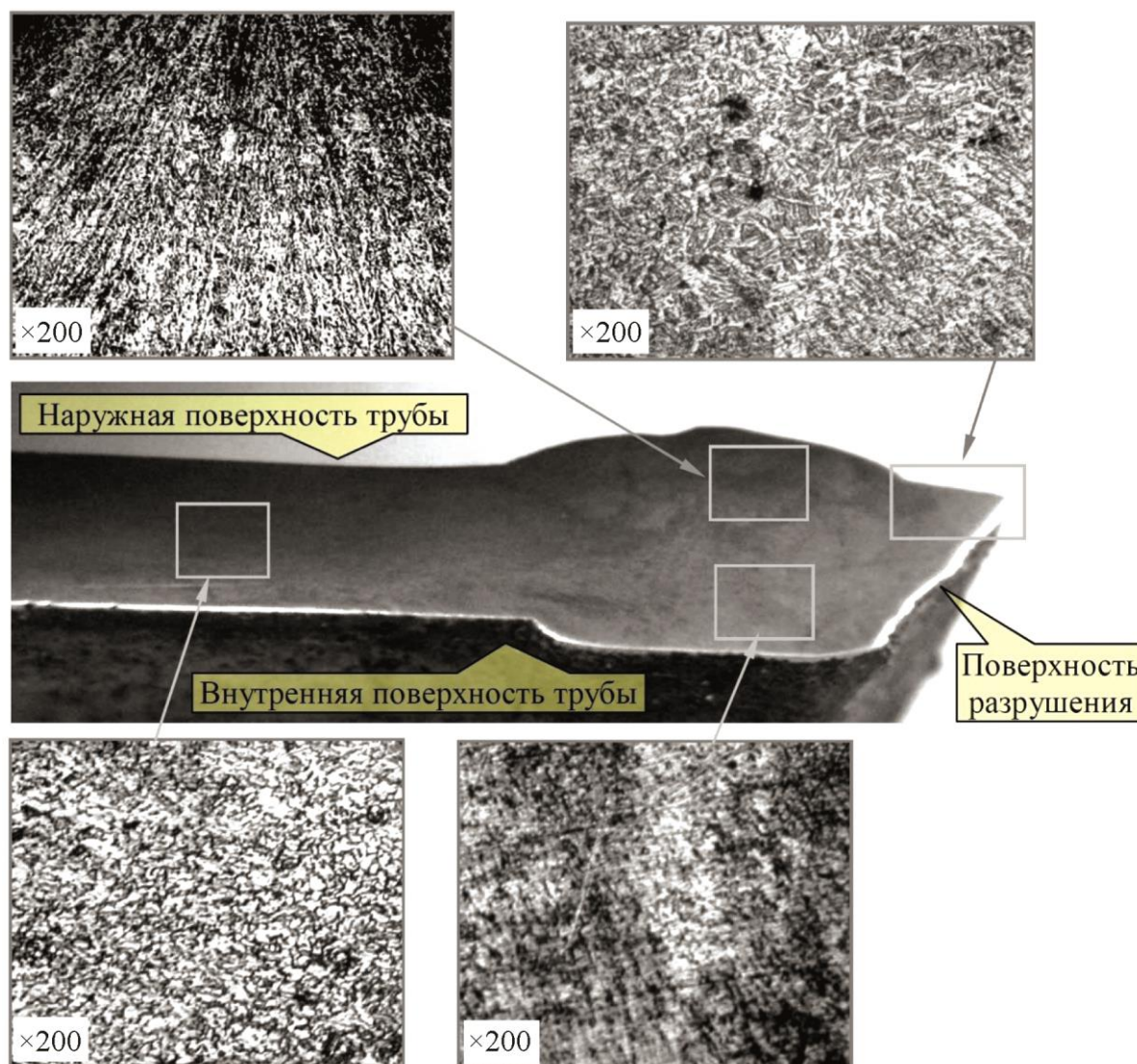


Рис. 6. Микроструктура материала трубы и сварного соединения вблизи поверхности разрушения (поперечный шлиф), $\times 5$: а – структура основного металла трубы: феррито-перлитная смесь в отожженном состоянии, $\times 50$; б, г – сварной шов: б – верхний шов, столбчатая литая структура, $\times 50$; г – нижний шов, частично перекристаллизованная литая структура, $\times 50$; в – граница сплавления верхнего шва, $\times 50$

Испытания на статическое растяжение были проведены на образцах № 9, 10 и 11 изготовленных токарно-фрезерным способом (рис. 2). Порядок проведения испытаний и оценка результатов в соответствии с требованиями ГОСТ 1497-84. Средние значения параметров прочности (σ_B , $\sigma_{0,2}$) и пластичности (δ , ψ , $\sigma_{0,2}/\sigma_B$), полученные в результате проведенных механических испытаний материала трубы на статическое растяжение в сравнении с данными ГОСТ 1050-88, СНиП 2.05.06-85 и сертификата на трубу представлены в табл. 2.

Таблица 2 – Средние значения механических параметров материала трубы

Место отбора образцов	Предел прочности, σ_B , МПа	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение, δ , %	Относительное сужение, ψ , %	Показатель пластичности материала, $\sigma_{0,2}/\sigma_B$
Стенка трубы 377×6 мм	409	295	28,9	59,4	0,72
По данным сертификата № 429-1	430–460	280–300	33,8–35,4	–	–
ГОСТ 1050-88*	не менее 410	–	не менее 25	не менее 55	–
СНиП 2.05.06-85	–	–	не менее 20	–	не более 75

*Сталь 20 горячекатаная и нормализованная

Из табл. 2 следует, что результаты проведенных испытаний на статическое растяжение показывают соответствие механических свойств (σ_B , $\sigma_{0,2}$, δ , ψ , $\sigma_{0,2}/\sigma_B$) требованиям, предъявляемым к трубам из стали 20 по ГОСТ 1050-88, класса прочности К-42.

Испытания на ударный изгиб были проведены на образцах № 13, 14, 15, 16, 17 и 18 изготовленных токарно-фрезерным способом. Средние значения параметров ударной вязкости (KCU) полученные в результате проведенных испытаний материала трубы в сравнении с данными ГОСТ 20295-85 и СНиП 2.05.06-85 представлены в таблице 3. Из табл. 3 следует, что результаты проведенных испытаний на ударный изгиб показывают снижение ударной вязкости материала аварийной трубы в сравнении с данными ГОСТ 20295-85 и СНиП 2.05.06-85.

Таблица 3 – Результаты механических испытаний на ударный изгиб

№ образца	Температура испытания, °С	KCU, Дж/см ² (кгс·м/см ²)	
		Значения по испытаниям	Среднее значение
13	20	33,2	31,1
14		31,1	
15		29,7	
16	–20	22,1	23,2
17		28,4	
18		19,2	
ГОСТ 20295-85	–40	–	29,4(3)
СНиП 2.05.06-85	–40	–	29,4(3)

Таким образом, результаты исследования фрагментов разрушенной трубы подтвердили, что наиболее вероятной причиной аварии трубопровода была силовая перегрузка, вызвавшая образование сквозной трещины (очага) длиной 45 мм при вязком разрушении по границе спирального шва и дальнейшее распространение трещины срезом в обе стороны от очага. Приведенный ход развития разрушения наиболее достоверен при описании характерных особенностей исследованных фрагментов трубопровода.

После возникновения силовой перегрузки, которая послужила причиной образования магистральной трещины, рост дефекта не происходил до момента потери трубой несущей способности из-за повышенных напряжений, за которым через короткое время последовал разрыв газопровода. Безопасная эксплуатация трубы с допустимыми дефектами, таким образом, требует также контроля напряженно-деформированного состояния трубопровода. Для снижения вероятности возникновения аварийных ситуаций, аналогичных рассмотренным, необходимо наблюдение за стабильностью пространственного положения трубопроводов на сложных участках с помощью геопозиционирования, проведения внутритрубной диагностики или установки стационарных систем контроля напряженно-деформированного состояния, что даст возможность своевременно принимать меры по снижению нештатных нагрузок.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Диагностика»), № АААА-А18-118020690196-3.

Литература

1. Николаева М. В., Атласов Р. А., Филиппова М. Д. Анализ причин аварийных ситуаций газопроводов, проложенных в многолетнемерзлых грунтах // Вестник СВФУ. – Серия «Науки о земле». – 2017. – № 4 (08) – С. 47–53.
2. Ревазов А. М. Анализ чрезвычайных и аварийных ситуаций на объектах магистрального газопроводного транспорта и меры по предупреждению их возникновения и снижению последствий // Управление качеством в нефтегазовом комплексе. – 2010. – № 1. – С. 68–70.
3. Разрушения и повреждения при длительной эксплуатации объектов нефтяной и газовой промышленности / А. М. Большаков, Н. И. Голиков, А. С. Сыромятникова, А. А. Алексеев, Р. П. Тихонов // Газовая промышленность. – 2007. – № 7. – С. 89–91.
4. Чухарева Н. В., Тихонова Т. В., Миронов С. А. Анализ причин аварийных ситуаций при эксплуатации магистральных трубопроводов в условиях Крайнего Севера в период с 2000 по 2010 год // Электронный научный журнал «Нефтегазовое дело». – 2011. – № 3. – С. 231–243. – URL: http://www.ogbus.ru/authors/Chuhareva/Chuhareva_1.pdf
5. Сарева З. З., Хайруллин Р. З. Анализ аварийных ситуаций на линейной части магистральных газопроводов // Научный альманах. – 2017. – № 4–3 (30). – С. 158–161.
6. Гостинин И. А., Вирясов А. Н., Семенова М. А. Анализ аварийных ситуаций на линейной части магистральных газопроводов // Электронный научный журнал «Инженерный вестник Дона». – 2013. – Т. 25, № 2 (25). – URL: ivdon.ru/magazine/archive/n2y2013/1618
7. Анализ основных причин аварий, произошедших на магистральных газопроводах / С. В. Савонин, А. В. Москаленко, А. В. Тюндер, С. Е. Князев, З. А. Арсентьева // Нефть и Газ Сибири. – 2015. – № 4 (21). – С. 112–121.
8. Тимофеев Б. Т., Даунис М. А. Некоторые особенности оценки малоциклового усталости сварных соединений в энергетике // Вопросы материаловедения. – 2007. – № 3 (51). – С. 127–140.
9. Влияние неоднородности механических свойств различных зон сварного стыкового соединения на работу соединения в упругопластической стадии деформации / В. И. Берг, М. Н. Чекардовский, С. В. Якубовская, В. С. Торопов // Современные проблемы науки

и образования. – 2015. – № 2 (часть 3). – URL: <http://science-education.ru/ru/article/view?id=23518> (дата обращения: 26.12.2018).

10. Акулов А. И. Технология и оборудование сварки плавлением. – М. : Машиностроение, 2003. – 560 с.

11. СНиП 2.05.06-85. Магистральные трубопроводы. – М. : Стройиздат, 1997. – 59 с.

12. СП 36.13330.2012. Свод правил. Магистральные трубопроводы. Актуализированная редакция СНиП 2.05.06-85. – М. : Госстрой, 2012. – 97 с.

Received: 01.10.2018
Revised: 27.11.2018
Accepted: 30.11.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.249-254

THE STRESS STATE INSTABILITY FACTOR AND ITS EFFECT ON THE GROWTH OF STRESS CORROSION CRACKING DEFECTS

D. V. Novgorodov^{a)*}, V. G. Rybalko^{b)}, and A. S. Shleyenkov^{c)}

*M. N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, Russian Federation*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-5151-8710>  danil_@inbox.ru ;
^{b)}  <https://orcid.org/0000-0003-4045-8967>  vgrifm@mail.ru;
^{c)}  <https://orcid.org/0000-0002-6135-1504>  shleenkov@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: danil_@inbox.ru
Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620990, Russian Federation

In this paper, the results of in-pipe inspection of an extended section of a gas pipeline are briefly analyzed. The comparison of the number and distribution of stress corrosion defects detected in repeated passes allows us to conclude that repair work (changing the stress state) affects the stimulation of the evolution of cracks.

Keywords: in-pipe inspection, defects, cracks, unstable stress state, repair, distribution.

Acknowledgment

This work was performed within the governmental assignment from FASO Russia on the subject of Diagnostics, No. AAAA-A18-118020690196-3

References

1. Sadrtdinov R.A., Rybalko V.G., Novgorodov D.V. Peculiarities of the development of stress-corrosion cracking on a pipeline section from the results of repeated in-tube nondestructive testing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2012, vol. 48, iss. 7, pp. 411–417. DOI: 10.1134/S1061830912070078.
2. Radionova S.G., Zhulina S.A., Kuznetsova T.A., Pecherkin A.S., Kruchinina I.A., Gra-zhdankin A.I. Indicators of accidents hazard at the Russian main pipelines. *Bezopasnost Truda v Promyshlennosti* (Occupational Safety in Industry), 2015, no. 11, pp. 62–69. (In Russian).
3. Dolgov I.A., Gorchakov V.A., Surkov Yu.P., Rybalko V.G., Surkov A.Yu. Assessing changes in stress-corrosion damageability on the basis of repeated in-tube nondestructive testing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2007, vol. 43, no. 1, pp. 12–20. DOI: 10.1134/S1061830907010020.
4. Gorchakov V.A. Diagnostics of corrosion damageability in a multi-strand main gas pipeline system. Cand. Tech. Sci. Thesis, Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, 2003. (In Russian).
5. Melekhin O.N., Gryazin V.E. Evaluation of the reliability level of the gas transmission system depending on planned volumes of capital repair of the trunk gas pipeline line part. *Vesti Gazovoy Nauki*, 2014, no. 1 (17), pp. 13–15. (In Russian).

Подана в журнал: 01.10.2018

УДК 620.179.1

DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.249-254

ФАКТОР НЕСТАБИЛЬНОСТИ НАПРЯЖЕННОГО СОСТОЯНИЯ И ЕГО ВЛИЯНИЕ НА РОСТ ДЕФЕКТОВ КОРРОЗИОННОГО РАСТРЕСКИВАНИЯ ПОД НАПРЯЖЕНИЕМ

Д. В. Новгородов^{а)}, В. Г. Рыбалко^{б)}, А. С. Шлеенков^{в)}

*Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН,
ул. С. Ковалевской 18, г. Екатеринбург, Российская Федерация*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-5151-8710>  danil_@inbox.ru ;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0003-4045-8967>  vgrifm@mail.ru;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0002-6135-1504>  shleenkov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. E-mail: danil_@inbox.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Российская Федерация

В статье выполнен краткий анализ результатов внутритрубной дефектоскопии протяженного участка газопровода. Сравнение количества и распределение стресс-коррозионных дефектов, выявленных при повторных пропусках, позволяет сделать вывод о влиянии ремонтных работ (изменения напряженного состояния) на стимулирование развития трещин.

Ключевые слова: внутритрубная дефектоскопия, дефекты, трещины, нестабильное напряженное состояние, ремонт, распределение.

1. Введение

В настоящее время основной диагностический инструмент на линейной части газопровода – это внутритрубная дефектоскопия (ВТД), на основании которой можно оценивать наличие дефекта КРН и его линейные размеры. Дефекты КРН являются наиболее опасными и те из них, которые имеют малое раскрытие [1], выявляются только тогда, когда достигают большой глубины. Это связано с малым раскрытием и сложностью идентификации полей рассеяния над такими дефектами. Тем не менее дефекты КРН – это наиболее частая причина аварийных разрушений газопроводов в последние годы [2], и так как эти дефекты требуют незамедлительного осмотра после обнаружения и принятия решения о ремонте. По результатам внутритрубной дефектоскопии проводится вскрытие подземных участков газопроводов, обследование обнаруженных дефектов и последующий ремонт или удаление дефектной трубы. Проведение осмотра вовсе не означает, что ремонт будет выполнен сразу, дефект может быть оставлен на трубе на некоторое время. Технологические операции по ремонту дефекта сопровождаются большими трудозатратами, особенно в северных регионах, где трасса проложена в болотистой местности и проезд большегрузной техники к месту работ возможен только в зимнее время после промерзания грунта. Поэтому одной из задач анализа результатов ВТД является оценка состояния газопровода с точки зрения перспектив развития процесса КРН, для принятия решения о ремонте этого участка.

С этой целью был выбран участок для обследования ДУ1400 длиной 95 км, содержащий трещины КРН, подтвержденные данными ВТД 2003, 2006 и 2008 гг. По имеющимся данным проводилась аналитическая работа с оценкой линейных размеров трещин и их распределения по наружной поверхности, а также были выполнены выборочно прямые измерения размеров и конфигурации обнаруженных трещин, позволяющие дать оценку особенностям и кинетике развития дефектов. Результаты анализа представлены на графиках (рис. 1 и 2) в виде распределения количества дефектов по глубине на обследованном участке и по длине

трассы. При анализе полученных данных были выделены дефекты в виде стресс-коррозионных (КРН) трещин. В эту группу включены дефекты, образование которых имеет признаки КРН (прежде всего продольную ориентацию и трещиноподобную форму) – это продольные трещины и продольные канавки. Сравнение результатов пропусков проводилось на дистанции до 50 км от камеры запуска, так как указанная дистанция является общей базой для сравнения результатов ВТД за 2003, 2006 и 2008 гг.

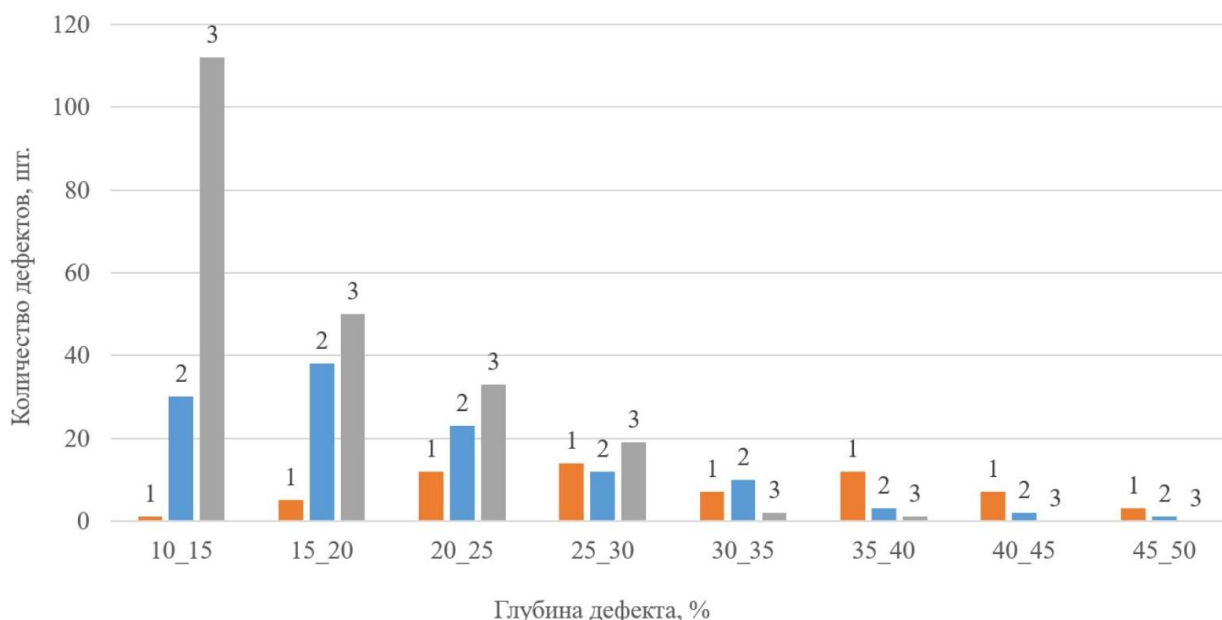


Рис. 1. Распределение стресс-коррозионных дефектов по глубине газопровода диаметром 1420 мм, по данным ВТД

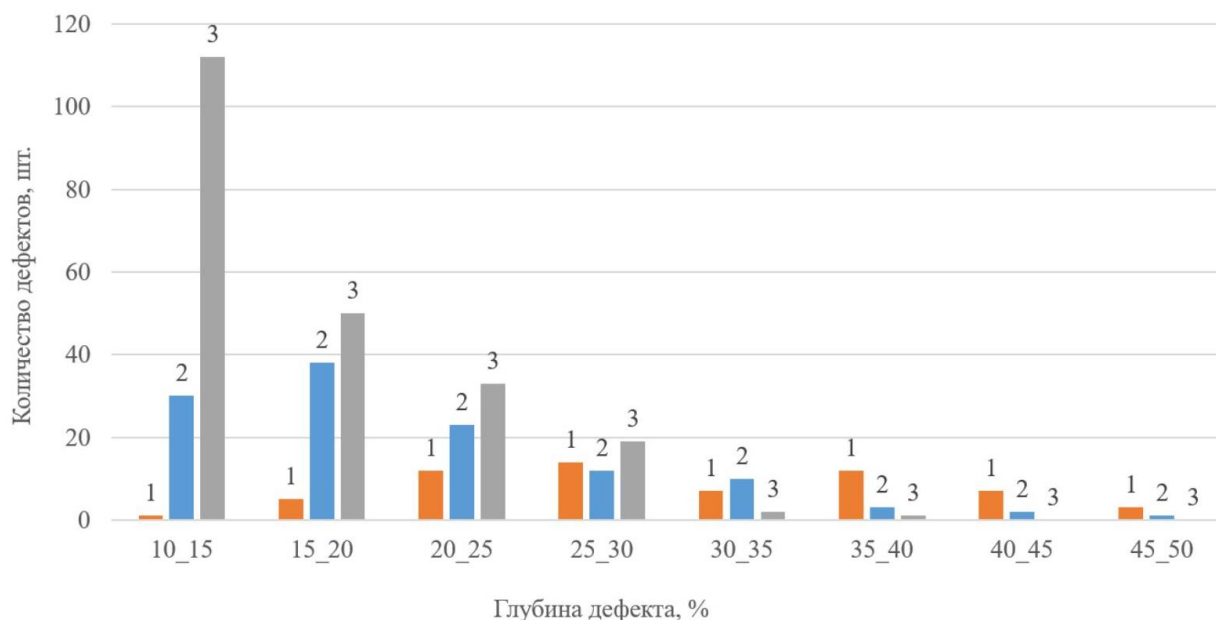


Рис. 2. Распределение стресс-коррозионных дефектов на трассе газопровода диаметром 1420 мм, по данным ВТД

Показателями, использованными при сравнении состояния газопровода, были выбраны следующие характеристики:

- общее количество обнаруженных на участке дефектов;

- глубина обнаруженных дефектов, % толщины стенки трубы;
- максимальная плотность дефектов (количество на 5 км длины трассы);
- положение на трассе места с максимальной плотностью дефектов, км;
- количество «опасных» дефектов с глубиной > 40 % толщины стенки трубы.

Число стресс-коррозионных дефектов по сравнению с 2003 г. (89 дефектов) резко увеличилось и составило 231 ед. в 2006 г. (через три года после инспекции) и 218 ед. в 2008 г. (еще через два года после инспекции). При этом представленный материал отражает только непосредственные результаты обследования без учета возможности ремонта или вырезки труб за время между инспекциями. Данные ВТД показали, что за 5-летний период наблюдений произошло нарастание процесса КРН, выразившееся в относительном нарастании количества дефектов, главным образом за счет образования новых трещин. Число дефектов КРН возросло практически в три раза за счет появления новых трещин с относительно небольшой глубиной – до 25–30 % от толщины стенки, расположенных преимущественно в интервале 15–20 км от камеры запуска; более глубоких трещин, начиная с 35 % толщины стенки, стало значительно меньше за счет удаления дефектов при ремонтах. Таким образом, можно считать, что за время между инспекциями на участке газопровода продолжалось развитие процесса коррозионного растрескивания с нарастающей скоростью, главным образом за счет образования новых трещин с глубиной до 25–30 % толщины стенки. Как указано в работе [3], усиление стресс-коррозионной повреждаемости при отсутствии массовых ремонтных работ между внутритрунными инспекциями не происходит. На рис. 2 хорошо заметно, что основная часть дефектов приходится на первые 5–35 км трассы, где находится 99 % обнаруженных трещин КРН. Как указано в некоторых работах [4, 5], это может быть связано с более высоким давлением и температурой на начальном участке трубопровода.

Исследование строения дефектов КРН показало, что развитие трещин носило поэтапный характер. На рис. 3 приведен поперечный шлиф дефекта, на котором видно, что первоначально трещина растет под прямым углом к поверхности, типичным для классического КРН от действия кольцевых растягивающих напряжений и коррозионно активной среды, затем происходит ее ветвление. При ветвлении трещина меняет свое направление на 45 % в обе стороны в направлении действия касательных напряжений. Такое изменение направления роста трещины несомненно указывает на изменение напряжений в теле трубы, т. е. неустойчивости напряженного состояния. Возникновение повышенной нагрузки приводит к течению металла в вершине дефекта в направлении действия касательных напряжений, и ее дальнейшему развитию в направлении течения.

Факторами, дополнительно стимулирующими развитие КРН, может служить рост напряжений в трубе и повышение коррозионной активности грунта. Поскольку количество коррозионных дефектов за рассматриваемый период осталось практически неизменным, то можно считать, что коррозионная активность грунта также не увеличилась. Что касается роста напряжений, то можно предполагать, что газопровод на отдельных участках испытывал периодически в течение длительного периода существенные перегрузки, вызванные ремонтными мероприятиями и их последствиями. Это обстоятельство могло способствовать дополнительному развитию дефектов КРН, обнаруженному по результатам периодического контроля ВТД.

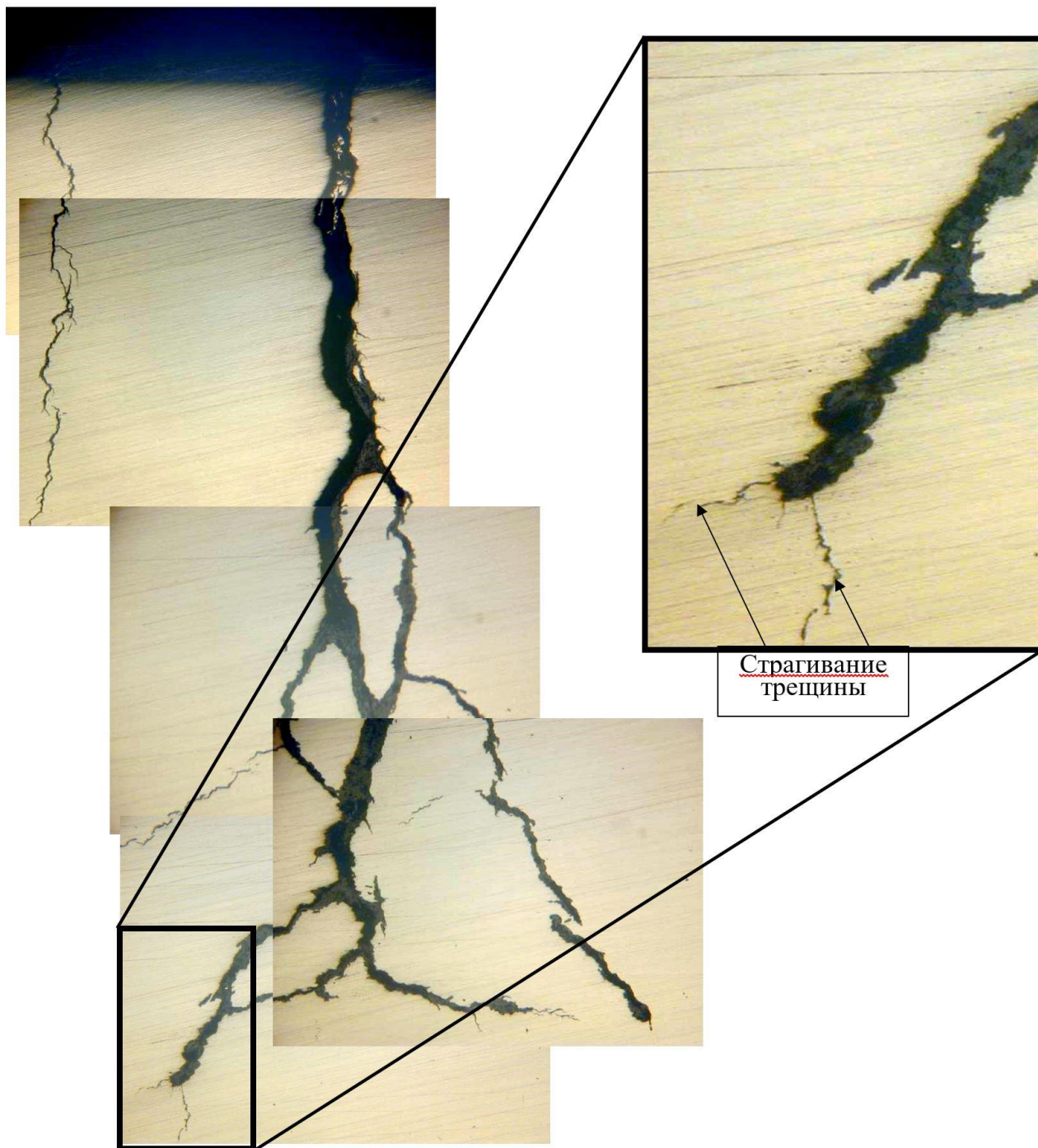


Рис. 3. Ветвление трещины КРН, повторное страгивание

2. Заключение

Таким образом, к числу факторов, способствующих зарождению и развитию трещин КРН, можно отнести рост напряжений на трассе трубопровода, связанный с проведением многочисленных ремонтных мероприятий, вызывающих изменение напряженно-деформированного состояния трубы и влияющих на рост трещин. В результате внешнее вмешательство в состояние газопровода, вызывающее, так или иначе, изменение его пространственного положения, создает дополнительные риски перегрузки и разрушения газопровода, которые не учитывались при планировании ремонтных работ.

Для оценки рисков необходимо приборное и методическое обеспечение, которое позволит определять величину и изменение напряженного состояния на наиболее ответственных участках газопроводов (переходах через авто- железные дороги, подводные переходы, пересечения с линиями электропередач, пересечения с другими трубопроводами, участки, проходящие вблизи населенных пунктов и др.). Прибор с такими возможностями разработан в лаборатории дефектоскопии ИФМ УрО РАН на основе магнитоанизотропных датчиков. В результате внедрения контроля за стабильностью напряженного состояния появится возможность ранжирования участков по степени перегрузки как одного из факторов, провоцирующего рост дефектов КРН.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Диагностика»), № АААА-А18-118020690196-З

Литература

1. Sadrtidinov R. A., Rybalko V. G., Novgorodov D. V. Peculiarities of the development of stress-corrosion cracking on a pipeline section from the results of repeated in-tube nondestructive testing // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2012. – Vol. 48, iss. 7. – P. 411–417. – DOI: 10.1134/S1061830912070078.
2. Показатели опасности аварий на российских магистральных трубопроводах // С. Г. Радионова, С. А. Жулина, Т. А. Кузнецова, А. С. Печеркин, И. А. Кручинина, А. И. Гражданкин // Безопасность труда в промышленности. – 2015. – № 11. – С. 62–69
3. Assessing changes in stress-corrosion damageability on the basis of repeating in-tube nondestructive testing / I. A. Dolgov, V. A. Gorchakov, Yu. P. Surkov, V. G. Rybalko, A. Yu. Surkov // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2007. – Vol. 43, no. 1. – P. 12–20. – DOI: 10.1134/S1061830907010020.
4. Горчаков В. А. Диагностика коррозионной повреждаемости в многониточной системе магистральных газопроводов : дис. ... канд. техн. наук : 05.02.11. – Екатеринбург, 2003.
5. Мелехин О. Н., Грязин В. Е. Оценка уровня надежности газотранспортной системы в зависимости от планируемых объемов капитального ремонта линейной части магистральных газопроводов // Вести газовой науки. – 2014. – № 1 (17). – С. 13–15.

Received: 01.10.2018
Revised: 27.11.2018
Accepted: 30.11.2018
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.255-261

CONSTRUCTING A MODEL OF THE INTERACTION OF CRACKS IN GAS PIPELINES

V. G. Rybalko^{a)}, D. V. Novgorodov^{b)}, and A. Yu. Surkov^{c)*}

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russian Federation*

a)  <https://orcid.org/0000-0003-4045-8967>  vgrifm@mail.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0002-5151-8710>  danil_@inbox.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0002-9281-687X>  surkov@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: surkov@imp.uran.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russian Federation
Tel.: +7 (343) 378 37 68; fax: +7 (343) 378 37 68

The article presents the results of studying a template with stress corrosion cracking defects. After magnetic particle inspection, a visual analysis of the revealed cracks is carried out in order to fix the traces of mutual influence, which lead to their merging into a common defect with further development. The research has revealed typical ways of crack coalescence, as well as some of their features, and this has allowed us to propose a model for constructing a plausible picture of crack interaction.

Keywords: pipeline, stress corrosion cracking, defect growth, crack coalescence, dipole model.

Acknowledgment

The work was performed within the state assignment from FASO Russia (the subject of Diagnostics, No. AAAA-A18-118020690196-3)

Reference

1. STO Gazprom 2-2.3-173–2007. Regulation for complex inspection and diagnosing of trunk gas pipelines subject to stress corrosion cracking. Moscow, Gazprom Expo Publ., 2008, 29 p. (In Russian).
2. Instruktsiya po otsenke defektov trub i soedinitelnykh detaley pri remonte i diagnostirovanii magistralnykh gazoprovodov [Instruction for the Evaluation of Defects in Pipes and Fittings during the Repair and Diagnosis of Main Gas Pipelines]. Moscow, OOO VNIIGAZ Publ., 2013, 117 p. (In Russian).
3. Alimov S.V., Dolgov I.A., Gorchakov V.A., Surkov Yu.P., Surkov A.Yu., Rybalko V.G. *Diagnostika korroziionnogo rastreskivaniya gazoprovodov. Atlas* [Diagnostics of Gas Pipelines Corrosion Cracking. Atlas]. Ekaterinburg, IMP UB RAS Publ., 2004, 84 p.
4. STO Gazprom 2-2.3-137–2007. Instruction on technologies of welding at construction and repair of field and main gas pipelines. Part 2. Moscow, Gazprom Publ., 2007, 177 p. (In Russian).
5. Broek D. Elementary engineering fracture mechanics. Leyden, Noordhoff International Publishing, 1974, 312 p.

Подана в журнал: 01.10.2018
УДК 620.179.143.
DOI: 10.17804/2410-9908.2018.6.255-261

ПОСТРОЕНИЕ МОДЕЛИ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ПРОДОЛЬНЫХ ТРЕЩИН В МАГИСТРАЛЬНЫХ ГАЗОПРОВОДАХ

В. Г. Рыбалко^{а)}, Д. В. Новгородов^{б)}, А. Ю. Сурков^{в)}*

ИФМ УрО РАН, 620108, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18

а)  <https://orcid.org/0000-0003-4045-8967>  vgrifm@mail.ru;
б)  <https://orcid.org/0000-0002-5151-8710>  daniil_inbox.ru;
в)  <https://orcid.org/0000-0002-9281-687X>  surkov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: surkov@imp.uran.ru

Адрес для переписки: ул. Софьи Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620108, Российская Федерация
Тел.: +7 (343) 378–37–68; факс: +7 (343) 378–37–68

В статье представлены результаты исследования темплета с трещинами коррозионного растрескивания под напряжением. После магнитопорошковой дефектоскопии проведен визуальный анализ выявленных трещин с целью зафиксировать следы взаимного влияния, которые ведут к их объединению в общий дефект при дальнейшем развитии. Проведенное исследование выявило типичные способы объединения трещин, а также их некоторые особенности, что позволило предложить модель для построения правдоподобной картины взаимодействия трещин.

Ключевые слова: газопровод, коррозионное растрескивание под напряжением, развитие дефекта, объединение трещин, дипольная модель.

1. Введение

Коррозионное растрескивание под напряжением (КРН) характеризуется большим числом близкорасположенных трещин, которые могут объединяться между собой в процессе роста, что со временем приводит к потере несущей способности стенки трубы и аварийному разрыву магистрального газопровода. Опасность одной трещины можно оценить по ее длине и максимальной глубине, но для построения правдоподобной модели развития и объединения нескольких трещин необходимо провести анализ реального объекта, содержащего дефекты КРН, полученные в результате объединения единичных трещин.

2. Материал и методика

Предметом исследования служил темплет с трещинами, вырезанный по результатам внутритрубной инспекции из трубы магистрального газопровода диаметром 1420 мм с толщиной стенки 16,5 мм (рис. 1).

На темплете после проведения магнито-порошковой дефектоскопии выявлена область размером 300×100 мм, содержащая наиболее глубокие трещины КРН различной длины. Максимальная глубина трещин составляет около 5,5 мм (рис. 2), это свидетельствует о длительном периоде развития дефектов, что позволяет реализоваться в естественных условиях всем механизмам взаимодействия трещин и дает возможность выявить их при лабораторном исследовании.



Рис. 1. Темплет с трещинами из трубы магистрального газопровода



Рис. 2. Трещины, обнаруженные на темплете

Прежде чем рассматривать модель представления взаимодействующих трещин необходимо выбрать представление одной трещины. Единичная трещина (рис. 3) может быть представлена в виде эквивалентной полуэллиптической трещины [1]. В таком случае рост трещины в длину происходит через смещение вершин трещины в противоположном направлении, а рост трещины в глубину можно упрощенно считать равномерным [2].

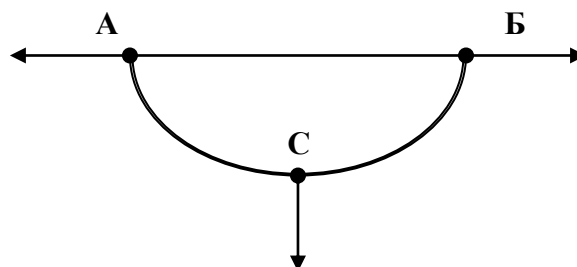


Рис. 3. Модель единичной трещины с двумя вершинами А и Б и точкой максимальной глубины С

3. Результаты и обсуждение

Анализ расположения отдельных единичных трещин позволяет выявить встречающиеся на данном темплете варианты взаимодействия двух близкорасположенных трещин. Сле-

дует отметить, что, согласно нормативной документации Газпром, близкорасположенными дефектами будут считаться соседние стресс-коррозионные дефекты, если расстояние между ними не превышает половины длины наибольшего дефекта при его длине меньше пяти толщин стенки трубы, если же его длина больше, то соседним считается дефект на расстоянии меньшем пяти толщин стенки трубы [3].

Большое число трещин позволяет выделить основные способы объединения единичных трещин в один протяженный дефект. В рамках данной работы ледует разделять единый протяженный дефект, (образованный объединением трещин) и одиночный дефект в нормативной документации (представляющий поле трещин). Дальнейшие обсуждения относятся только к первому варианту.

Изначально все трещины имеют параллельную ориентацию, расположенную перпендикулярно максимальным действующим напряжениям в стенке трубы, в данном примере это продольное расположение, которое составляет 95 % обнаруженных дефектов КРН на газопроводах [4]. По мере удлинения трещины могут изменить направление развития навстречу друг другу (рис. 4). Отмечены варианты, когда трещины, расположенные на одной образующей трубы, объединяются последовательно (рис. 5). При незначительном, порядка нескольких миллиметров, расстоянии в поперечном направлении объединение трещин происходит путем присоединения начала (конца) одного дефекта к середине другого (рис. 6). Однако встречаются варианты, когда трещины развиваются параллельно или даже отклоняются от линии развития друг друга (рис. 7) без видимого взаимодействия.

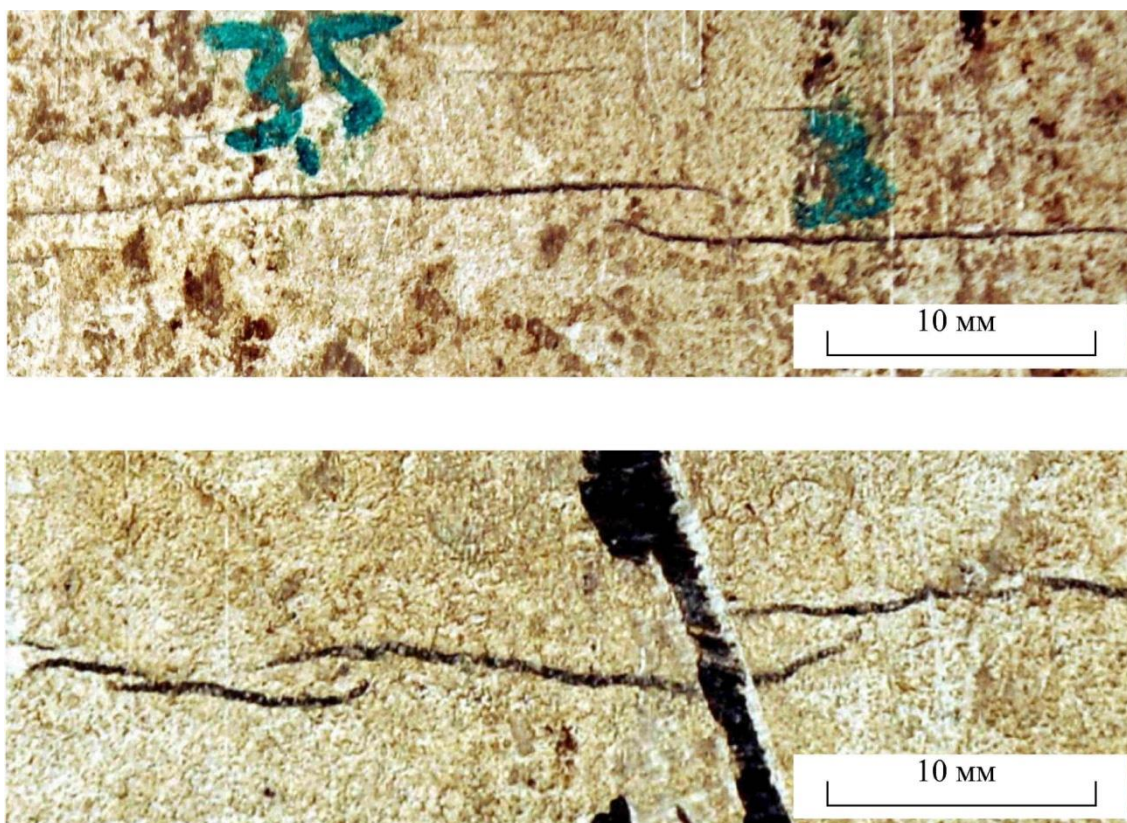


Рис. 4. Направление роста трещин, стремящихся к объединению



Рис. 5. Последовательное объединение трещин



Рис. 6. Присоединение трещины вершиной к средней части соседней трещины



Рис. 7. Параллельное развитие трещин без объединения

Таким образом, по способу объединения двух трещин можно выделить несколько вариантов (рис. 8): две трещины объединяются вершинами (обозначение A_1B_2 или A_2B_1); одна трещина присоединяется вершиной к телу другой трещины (обозначение A_1C_2 , B_1C_2 , A_2C_1 или B_2C_1); однако вариант объединения вершинами A_1A_2 или A_1A_2 на темплате не обнаружен.

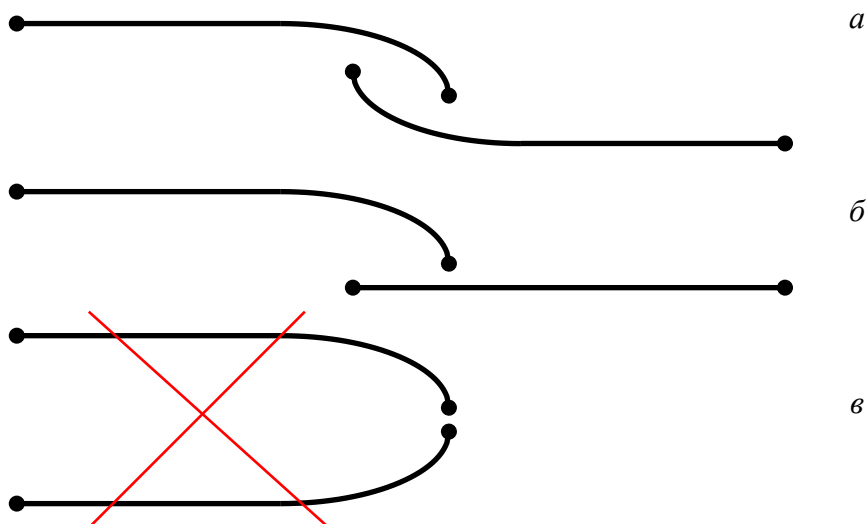


Рис. 8. Варианты объединения двух трещин: противоположными вершинами (а), вершины и тела трещины (б), односторонними вершинами (в) – не обнаружено

Отсутствие взаимодействия между односторонними вершинами трещин и «притяжение» противоположными вершинами позволяет выбрать модель трещины в виде диполя (рис. 9). В этом случае условному заряду в вершинах диполя, от величины которого зависит расстояние, на котором трещины начинают движение к объединению, можно поставить в соответствие коэффициент интенсивности напряжений, который используется в линейной механике разрушения для описания полей напряжений у вершины трещины [5].

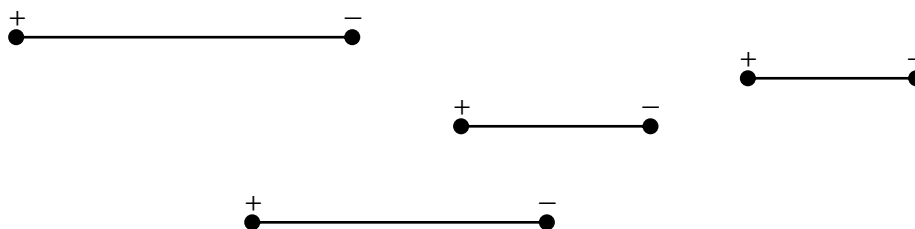


Рис. 9. Поле трещин с использованием дипольной модели

4. Заключение

Анализ различных случаев объединения трещин коррозионного растрескивания под напряжением на реальном объекте позволяет рассматривать для оценки взаимного влияния только близкорасположенные трещины. Обнаруженная избирательность при слиянии трещин в единый дефект проявляется отсутствием объединения трещин односторонними вершинами. Предложен дипольный вариант модели для построения объединения развивающихся трещин, при котором сила взаимодействия близкорасположенных трещин может быть связана с коэффициентом интенсивности напряжений.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Диагностика», № АААА-А18-118020690196-3)

Литература

1. СТО Газпром 2-2.3-173–2007. Инструкция по комплексному обследованию и диагностике магистральных газопроводов, подверженных коррозионному растрескиванию под напряжением. – М. : Газпром экспо, 2008. – 29 с.
2. Инструкция по оценке дефектов труб и соединительных деталей при ремонте и диагностировании магистральных газопроводов. – М. : ООО «ВНИИГАЗ», 2013. – 117 с.
3. Диагностика коррозионного растрескивания газопроводов. Атлас / С. В. Алимов, И. А. Долгов, В. А. Горчаков, Ю. П. Сурков, А. Ю. Сурков, В. Г. Рыбалко / под ред. Ю. П. Суркова. – Екатеринбург : УрО РАН, 2004. – 84 с.
4. СТО Газпром 2-2.3-137–2007. Инструкция по технологиям сварки при строительстве и ремонте промысловых и магистральных газопроводов. Ч. 2. – М. : Газпром, 2007. – 177 с.
5. Броек Д. Основы механики разрушения / пер. с англ. – М. : Высшая школа, 1980. – 367 с.