
Diagnostics, Resource and Mechanics
of materials and structures

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

Editorial Council

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

Editorial Board

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

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

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

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

Редакционный совет:

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

Редакционная коллегия:

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

Верстакова Елена Евгеньевна – редактор перевода текста на английский язык
Верстакова Ольга Андреевна – редактор текста
Гариева Анна Валерьевна – верстальщик текста
Торлопова Галина Викторовна – помощник редактора
Шакиров Рауль 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

Kryuchkov D. I., Pugacheva N. B., and Bykova T. M. Deformation of Al–Zn–Mg–Cu composite samples under nonstationary thermomechanical conditions	8
Vykhodets V. B. and Kurennykh T. E. Effect of low-temperature annealing in air on the defect structure of oxide nanoparticles	26
Kuznetsov A. R. and Starikov S. A. The Bain and orthorhombic paths of the bcc–fcc transformation in a bcc metal	35
Shveikin V. P., Kamantsev I. S., Pugacheva N. B., Zadvorkin S. M., Senaeva E. I., Razinkin A. V., Maltseva T. V., Kalinina N. A., Bykova T. M., Skorynina P. A., and Putilova E. A. Application of microindentation to the evaluation of strain distribution over the section of extruded aluminum alloy bars	45
Zamaraeva Yu. V., Razinkin A. V., Buribaev E. I., Ponomarev A. V., and Dymshakova E. G. Improving the process of producing forged pieces for power parts used in the aviation industry	65
Kamantsev I. S., Golodnov A. I., Sukhova M. R., Kornienko O. Yu., and Belikov S. V. Fracture behavior of grid structures with periodic and quasiperiodic designs	78
Pudov V. I. and Komolikov Yu. I. Prospects for improving the mechanical properties of an aluminum-zirconium composite by adding ultrafine AL_2O_3 powder synthesized by nitrate combustion	90
Baraz V. R., Ishina E. A., and Yurchenkov E. A. A statistical method for determining the mode of ion-plasma nitriding	98
Reutov Yu. Ya., Mikhailov A. V., and Mikhailov L. V. A matrix eddy current transducer using surface mount inductors	107
Serbin E. D., Perov V. N., and Kostin V. N. Non-contact measurement of the dynamic magnetostriction parameters of ferromagnets	121
Goruleva L. S., Zadvorkin S. M., Vichuzhanin D. I., Savrai R. A., and Skorynina P. A. An experimental and computational study of through-depth strain distribution during frictional treatment of a metastable austenitic steel	132
Grokhovsky V. I., Gladkovsky S. V., Badekha K. A., and Veselova V. E. Brittle fracture resistance of the Fe–17%Ni alloy of extraterrestrial origin (the Chinga meteorite) under static and dynamic loading	145
Danilov S. E. Separation in Fe–Ni AND Fe–Ni–P alloys under electron irradiation and isochronous annealing	159

Reutov Yu. Ya. and Pudov V. I. The possibilities of rapid testing of steel elements in reinforced concrete	165
Shleenkov A. S., Novgorodov D. V., and Sobakinsky Yu. B. Comparing the results of testing a longitudinal tube weld by nondestructive methods	175

СОДЕРЖАНИЕ

Крючков Д. И., Пугачева Н. Б., Быкова Т. М. Деформация образцов из композита системы Al–Zn–Mg–Cu в нестационарных термомеханических условиях	8
Выходец В. Б., Куренных Т. Е. Влияние низкотемпературных отжигов на воздухе на дефектную структуру оксидных наночастиц	26
Кузнецов А. Р., Стариков С. А. Бейновский и орторомбический пути ОЦК–ГЦК превращения в ОЦК–металле	35
Швейкин В. П., Каманцев И. С., Пугачева Н. Б., Задворкин С. М., Сенаева Е. И., Разинкин А. В., Мальцева Т. В., Калинина Н. А., Быкова Т. М., Скорынина П. А., Путилова Е. А. Применение микроиндентирования для оценки распределения деформаций по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов	45
Замараева Ю. В., Разинкин А. В., Бурибаев Э. И., Пономарев А. В., Дымшакова Е. Г. Усовершенствование технологии производства штамповок для силовых деталей авиационной промышленности	65
Каманцев И. С., Голоднов А. И., Сухова М. Р., Корниенко О. Ю., Беликов С. В. Особенности разрушения сетчатых конструкций с периодической и квазипериодической структурами	78
Пудов В. И., Комоликов Ю. И. Перспективы улучшения механических свойств алюмо-циркониевого композита добавкой ультрадисперсного порошка Al_2O_3 , синтезированного методом сжигания нитратов	90
Бараз В. Р., Юрченков Е. А., Ишина Е. А. Статистический метод определения режима ионно-плазменного азотирования	98
Реутов Ю. Я., Михайлов А. В., Михайлов Л. В. Матричный вихретоковый преобразователь с применением индуктивностей поверхностного монтажа	107
Сербин Е. Д., Перов В. Н., Костин В. Н. Бесконтактное измерение динамических магнитострикционных параметров ферромагнетиков	121
Горулева Л. С., Задворкин С. М., Вичужанин Д. И., Саврай Р. А., Скорынина П. А. Экспериментальное и расчетное исследование распределения деформации по глубине при фрикционной обработке метастабильной аустенитной стали	132
Гроховский В. И., Гладковский С. В., Бадеха К. А., Веселова В. Е. Сопротивление хрупкому разрушению сплава Fe–17%Ni внеземного происхождения (метеорит Чинге) при статическом и динамическом нагружении	145

Данилов С. Е. Расслоение в сплавах Fe–Ni И Fe–Ni–P при облучении электронами и изохронном отжиге	159
Реутов Ю. Я., Пудов В. И. Перспективы экспресс-анализа арматуры железобетонных конструкций	165
Шлеенков А. С., Новгородов Д. В., Собакинский Ю. Б. Сопоставление результатов контроля продольного сварного шва трубы неразрушающими методами	175

Received: 20.09.2023

Revised: 17.11.2023



Accepted: 29.12.2023



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.008-025



DEFORMATION OF Al–Zn–Mg–Cu COMPOSITE SAMPLES UNDER NONSTATIONARY THERMOMECHANICAL CONDITIONS

D. I. Kryuchkov^{a), *}, N. B. Pugacheva^{b)}, and T. M. Bykova^{c)}

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

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0001-8585-3544>  kru4koff@bk.ru;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  nat@imach.uran.ru;

^{c)}  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  tatiana_8801@mail.ru

*Corresponding author. E-mail: kru4koff@bk.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russia

Tel.: +7 (343) 374-5051; fax: +7 (343) 374-5330

The paper studies the technology of deformation and heat treatment of an aluminum-matrix composite material under nonstationary conditions, which is upsetting with gradual heating to near-solidus temperatures under mild loading conditions. The composite material is based on the V95 aluminum alloy discretely reinforced with 10% of SiC particles. The purpose of the study is to compare the deformation behavior of the samples and analyze their microstructure under different conditions of thermal deformation processing. The structure of the material is studied by optical and electron scanning microscopies. The paper discloses the behavior of the rate of relative strain as dependent on temperature, as well as the features of structure formation in an aluminum-matrix composite depending on the heating conditions. The most pronounced differences are found in the central part of the samples closer to the deforming tool (flat dies). On the symmetry axis in the central region of the samples there are differences in the crystallographic orientations of the material textures. Microhardness values and their distribution on the section are obtained. For the sample with slow heating, there is no tendency for the increase of the microhardness values in the regions with high values of plastic strain, this being indicative of a more complete recrystallization process and lower dislocation density.

Keywords: composite, aluminum, silicon carbide, thermal deformation processing, hardness, scanning microscopy

Acknowledgment

The study used the equipment available at the Plastometriya shared research facilities (the IES UB RAS). It was performed under the governmental assignment for the IES UB RAS. We appreciate the contribution from Prof. S. V. Smirnov, head of the laboratory of material micro-mechanics, who provided us with the material for the samples.

References

1. Kurganova, Yu.A. and Kolmakov, A.G. *Konstruktsionnye metallomatrichnye kompozitsionnye materialy: uchebnoye posobiye* [Structural Metal Matrix Composites: Educational Book]. Izd-vo MGTU im. N.E. Bauman Publ., Moscow, 2015, 141 p. (In Russian).

2. Kainer, K. Basics of metal matrix composites. In: *Metal Matrix Composites: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering*, K.U. Kainer. ed., Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006, pp. 1–54. DOI: 10.1002/3527608117.ch1.
3. Miracle, D.B. Metal matrix composites – from science to technological significance. *Composites Science and Technology*, 2005, 65 (15–16), 2526–2540. DOI: 10.1016/j.compscitech.2005.05.027.
4. Kablov, E.N., Schetanov, B.V., Grashchenkov, D.V., Shavnev, A.A., and Nyafkin, A.N. Metallic composite materials on the base of Al–SiC. *Aviatsionnyye Materialy i Tekhnologii*, 2012, S, 373–380. (In Russian).
5. Shavnev, A.A., Berezovskiy, V.V., and Kurganova, Yu.A. Specificity of metal matrix composites based on aluminum alloy reinforced by SiC particles application. Part I (review). *Novosti Materialovedeniya. Nauka i Tekhnika*, 2015, 3 (15), 3–10. (In Russian).
6. Shavnev, A.A., Berezovskiy, V.V., and Kurganova, Yu.A. Features of the use of structural metal composite material based on aluminum alloy reinforced with SiC particles. Part II (review). *Novosti Materialovedeniya. Nauka i Tekhnika*, 2015, 3 (15), 11–17. (In Russian).
7. Stoyakina, E.A., Kurbatkina, E.I., Simonov, V.N., Kosolapov, D.V., and Gololobov, A.V. Mechanical properties of aluminium-matrix composite materials reinforced with SiC particles, depending on the matrix alloy (review). *Trudy VIAM*, 2018, 2 (62), 62–73. DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-8-8. (In Russian).
8. Vani, V.V. and Chak, S.K. The effect of process parameters in aluminum metal matrix composites with powder metallurgy. *Manufacturing Review*, 2018, 5 (7), 13. DOI: 10.1051/mfreview/2018001.
9. Sharma, M.M., Ziemian, C.W., and Eden, T.J. Fatigue behavior of SiC particulate reinforced spray-formed 7XXX series Al-alloys. *Materials & Design*, 2011, 32 (8–9), 4304–4309. DOI: 10.1016/j.matdes.2011.04.009.
10. Smirnov, A.S., Belozarov, G.A., Konovalov, A.V., Shveikin, V.P., and Muizemnek, O.Yu. Rheological behavior and the formation of the microstructure of a composite based on an Al–Zn–Mg–Cu alloy with a 10% SiC content. *AIP Conference Proceedings*, 2016, 1785, 040068. DOI: 10.1063/1.4967125.
11. Kurbatkina, E.I., Shavnev, A.A., Kosolapov, D.V., and Gololobov, A.V. Features of thermal processing of composite materials with the aluminium matrix (review). *Trudy VIAM*, 2017, 11 (59), 82–97. DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-9-9. (In Russian).
12. Pugacheva, N.B., Malygina, I.Yu., Michurov, N.S., Senaeva, E.I., and Antenorova, N.P. Effect of heat treatment on the structure and phase composition of aluminum matrix composites containing silicon carbide. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2017, 6, 28–36. DOI: 10.17804/2410-9908.2017.6.028-036. Available at: http://dream-journal.org/issues/2017-6/2017-6_161.htmldx.doi.org/10.17804/2410-9908.2017.6.028-036
13. Pugacheva, N.B., Michurov, N.S., Senaeva, E.I., and Bykova, T.M. Structure and thermophysical properties of aluminum-matrix composites. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, 117 (11), 1188–1195. DOI: 10.1134/S0031918X16110119.
14. Smirnov, S.V., Vichuzhanin, D.I., Nesterenko, A.V., Pugacheva, N.B., and Konovalov, A.V. A fracture locus for a 50 volume-percent Al/SiC metal matrix composite at high temperature. *International Journal of Material Forming*, 2017, 10 (5), 831–843. DOI: 10.1007/s12289-016-1323-6.
15. Xiong, Z., Geng, L., and Yao, C.K. Investigation of high-temperature deformation behavior of a SiC whisker reinforced 6061 aluminium composite. *Composites Science and Technology*, 1990, 39 (2), 117–125. DOI: 10.1016/0266-3538(90)90050-F.
16. Razaghian, A., Yu, D., and Chandra, T. Fracture behaviour of a SiC-particle-reinforced aluminium alloy at high temperature. *Composites Science and Technology*, 1998, 58 (2), 293–298. DOI: 10.1016/S0266-3538(97)00130-9.

17. Kurbatkina, E.I., Kosolapov, D.V., Gololobov, A.V., and Shavnev, A.A. Study on the structure and properties of Al–Zn–Mg–Cu/SiC composite. *Tsvetnyye Metally*, 2019, 1, 40–45. DOI: 10.17580/tsm.2019.01.06. (In Russian).
18. Čadek, J., Kuchařová, K., and Zhu, S.J. High temperature creep behaviour of an Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si alloy reinforced with silicon carbide particulates. *Materials Science and Engineering: A*, 2000, 283 (1–2), 172–180. DOI: 10.1016/S0921-5093(00)00706-1.
19. Čadek, J., Kuchařová, K., and Zhu, S.J. Transition from athermal to thermally activated detachment of dislocations from small incoherent particles in creep of an Al–8.5Fe–1.3V–1.7Si alloy reinforced with silicon carbide particulates. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, 297 (1–2), 176–184. DOI: 10.1016/S0921-5093(00)01258-2.
20. Ma, Z.Y. and Tjong, S.C. High-temperature creep behaviour of SiC particulate reinforced Al–Fe–V–Si alloy composite. *Materials Science and Engineering: A*, 2000, 278 (1–2), 5–15. DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00613-9.
21. Božić, D., Vilotijević, M., Rajković, V., and Gnjidić, Ž. Mechanical and fracture behaviour of a SiC-particle-reinforced aluminum alloy at high temperature. *Materials Science Forum*, 2005, 494, 487–492. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.494.487.
22. Smirnov, S.V., Kryuchkov, D.I., Nesterenko, A.V., Berezin, I.M., and Vichuzhanin, D.I. Experimental study of short-term transient creep of the Al/SiC metal-matrix composite under uniaxial compression. *PNRPU Mechanics Bulletin*, 2018, 4, pp. 98–105. DOI: 10.15593/perm.mech/2018.4.09. (In Russian).
23. Vichuzhanin, D.I., Smirnov, S.V., Nesterenko, A.V., and Igumnov, A.S. A fracture locus for a 10 volume-percent B95/SiC metal matrix composite at the near-solidus temperature. *Letters on Materials*, 2018, 8 (1), 88–93.
24. Pugacheva, N.B., Kryuchkov, D.I., Nesterenko, A.V., Smirnov, S.V., and Shveikin, V.P. Studying the short-term high-temperature creep in the Al–6Zn–2.5Mg–2Cu/10SiCp aluminum matrix composite. *Physics of Metals and Metallography*, 2021, 122 (8), 782–788. DOI: 10.1134/S0031918X21080111.
25. Kryuchkov, D.I., Nesterenko, A.V., Smirnov, S.V., Pugacheva, N.B., Vichuzhanin, D.I., and Bykova, T.M. Influence of all-round forging under short-term creep conditions on the structure and mechanical properties of the Al7075/10SiCp composite with an aluminum matrix. *Physics of Metals and Metallography*, 2021, 122 (10), 981–990. DOI: 10.1134/S0031918X21100069.
26. Su, Y.H.F., Chen, Y.C., and Tsao, C.Y.A. Workability of spray-formed 7075 Al alloy reinforced with SiCp at elevated temperatures. *Materials Science and Engineering A*, 2004, 364, 296–304.
27. Smirnov-Alyayev, G.A. *Soprotivleniye materialov plasticheskomu deformirovaniyu* [Material Resistance to Plastic Deformation]. Mashinostroenie Publ., Leningrad, 1978, 368 p. (In Russian).
28. Smirnov, A.S. and Konovalov, A.V. Modeling of rheological behavior and microstructure formation of metal-matrix composites of the Al-SiC system under conditions of high deformation temperatures. In: *XII Vserossiyskiy syezd po fundamentalnym problemam teoreticheskoy i prikladnoy mekhaniki: sbornik trudov* [XII All-Russian Congress on Fundamental Problems of Theoretical and Applied Mechanics, Ufa, 2019: Collection of Proceedings, vol. 3]. Bashkirskiy Gosudarstvennyy Universitet, Ufa, 2019, 1458–1460. (In Russian).
29. Jiang, J.F., Chen, G., and Wang, Y. Compression mechanical behaviour of 7075 aluminium matrix composite reinforced with nano-sized SiC particles in semisolid state. *Journal of Materials Science & Technology*, 2016, 32 (11), 1197–1203. DOI: 10.1016/j.jmst.2016.01.015.
30. Bian, T.J., Li, H., Yang, J.C., Lei, C., Wu, C.H., Zhang, L.W., and Chen, G.Y. Through-thickness heterogeneity and in-plane anisotropy in creep aging of 7050 Al alloy. *Materials & Design*, 2020, 196, 109–190.

31. Salishchev, G.A., Mironov, S.Yu., Zherebtsov, S.V., and Belyaev, A.N. Effect of deformation on misorientations of grain boundaries in metallic materials. *Fizika i Mekhanika Materialov*, 2016, 25 (1), 42–48. (In Russian).
32. Lobanov, M.L., Yurovskikh, A.S., Kardonina, N.I., and Rusakov, G.M. *Metody issledovaniya tekstur v materialakh* [Methods for Studying Textures in Materials]. Ural University Publ., Ekaterinburg, 2014, 115 p. (In Russian).

Подана в журнал: 20.09.2023



УДК 539.415



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.008-025



ДЕФОРМАЦИЯ ОБРАЗЦОВ ИЗ КОМПОЗИТА СИСТЕМЫ AL–ZN–MG–CU В НЕСТАЦИОНАРНЫХ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

Д. И. Крючков^{а)} *, Н. Б. Пугачева^{б)}, Т. М. Быкова^{в)}

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

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-8585-3544>  kru4koff@bk.ru;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  nat@imach.uran.ru;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  tatiana_8801@mail.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: kru4koff@bk.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия
Тел.: +7 (343) 374-50-51

Объектом исследования является технология деформационно-термической обработки алюмоматричного композиционного материала на основе сплава В95, дискретно упрочненного частицами SiC (10 масс. %) в нестационарных условиях, представляющая собой осадку с постепенным нагревом до околосolidусных температур в условиях мягкого нагружения. Цель исследования – сравнить деформационное поведение и провести анализ микроструктуры образцов при разных условиях деформационно-термической обработки композиционного материала. Структура материала изучена методами оптической и электронной растровой микроскопии. В работе установлены закономерности изменения относительной деформации и скорости относительной деформации в зависимости от температуры и особенности формирования структуры алюмоматричного композита в зависимости от условий нагрева. Наиболее явные различия обнаружены в центральной части образцов ближе к деформирующему инструменту (плоским бойкам). В центральной области образцов на оси симметрии имеются различия в кристаллографических ориентировках текстур материала. Получены значения микротвердости и их распределение на поперечном шлифе. Для образца с медленным нагревом тенденции к росту значений микротвердости не наблюдается в областях с высокими значениями пластической деформации, что может свидетельствовать о более полном протекании процесса рекристаллизации и уменьшении плотности дислокаций.

Ключевые слова: композит, алюминий, карбид кремния, деформационно-термическая обработка, твердость, сканирующая микроскопия

1. Введение

Металломатричные композиты на основе сплавов алюминия с упрочнением в виде частиц карбида кремния находят все большее применение в качестве конструкционных материалов [1–3]. Особенность изготовления алюмоматричного композита (АМК) заключается в создании условий деформационно-термического воздействия, позволяющего сформировать комплекс необходимых физико-механических свойств [4–6]. Для изготовления алюмоматричных композитов применяются твердофазные методы с исходным матричным алюминием в виде порошка и жидкофазные методы с исходным матричным алюминием в виде расплава [4]. Независимо от способа синтеза, алюмоматричные материалы обладают малой пластичностью и требуют дополнительной деформационно-термической обработки. Иначе при попыт-

ке деформации происходит хрупкое разрушение в материале при возникновении растягивающих напряжений в результате разрыва слабых адгезионных связей между спеченными гранулами. Дополнительная деформационная обработка заготовок проводится в условиях высоких температур, близких к температурам солидуса [8, 9]. При таких температурах в композициях на основе сплавов алюминия активно протекают неравновесные процессы формирования микроструктуры в гранулах алюминия, связанные с упрочнением и разупрочнением. В литературе имеется информация, что в процессе высокотемпературной деформации АМК основной причиной упрочнения является увеличение плотности дислокаций в результате блокирования движения свободных дислокаций на ранее сформированных скоплениях дислокаций, границах зерен и субзерен [10]. Уменьшить плотность дислокаций при деформации возможно за счет процессов динамической рекристаллизации. В то же время активно ведутся исследования не только условий изготовления, но и влияния температурно-скоростных условий для оценки эксплуатационных возможностей готовых изделий [11–14]. Большое количество работ, опубликованных по данной тематике за последнее время, указывает на актуальность и востребованность этих исследований.

Одним из основных направлений в исследованиях металломатричных композиционных материалов, помимо повышения физико-механических характеристик за счет оптимизации состава, является изучение проблем формирования структурных состояний методами деформационно-термической обработки, направленными на улучшение деформируемости. В литературе отмечается, что отличие химических, теплофизических и механических свойств компонентов АМК обуславливает сложное реологическое поведение материала в процессах обработки давлением при высоких температурах [15–18]. Композиты, полученные методом порошковой металлургии, чаще всего имеют структуру ячеистого типа, при котором гранулы материала матрицы контактируют не со всеми частицами SiC. Это обусловлено тем, что размеры исходных алюминиевых гранул на порядок больше размеров частиц наполнителя. После спекания порошковых композиций частицы наполнителя расположены на исходной поверхности алюминиевых гранул и не проникают вглубь них. Вследствие этого проявляется склонность к хрупкому разрушению АМК по скоплению армирующих твердых частиц. Для каждого конкретного материала режим предварительной деформационно-термической обработки оказывает существенное влияние на комплекс механических свойств, причем необходимо использовать режим из оптимальной области деформирования без формирования нежелательных дефектов. В качестве примера можно привести материал на основе сплава Al8009 с 15 % SiC, изготовленный по порошковой технологии и отличающийся температурой при компактировании и выдавливании, что привело к разному сопротивлению ползучести [19], и композит, прессование которого проводилось при более низкой температуре, с более низкими механическими характеристиками.

Предварительная обработка может быть выполнена не только с помощью горячего выдавливания, при котором происходит существенное уменьшение поперечного сечения заготовки. Например, совмещение одноосной осадки и кантовки алюмоматричного композиционного материала Al6061/20SiC привело к улучшению его микроструктуры и механических свойств [21]. Мягкое нагружение, когда на образец действует нагрузка при высоких (околосолидусных) температурах, способствует инициированию затекания расплава материала матрицы между частицами SiC и тем самым «разбивает» ячеистую структуру, сформированную при спекании [22, 23]. Такая деформационно-термическая обработка может позволить провести деформацию без разрушения. В ряде исследований [24, 25] установлен наиболее эффективный режим осадки композиционного материала на основе сплава В95, представляющий собой нагрев от комнатной температуры до 550 °С при воздействии давления 8 МПа. Увеличение температуры до 560 °С при деформации приводит к образованию жидкой фазы в локальных микрообъемах, растворению интерметаллидов S-, T- и η-фаз,

препятствующих движению дислокаций и процессам динамической рекристаллизации. С экономической точки зрения целесообразно уменьшить достаточно продолжительное время (более 60 мин) ранее предложенного процесса деформационно-термической обработки. Однако варьирование скорости деформации за счет изменения продолжительности нагрева влияет на формирование структуры, в том числе из-за частиц упрочняющей фазы и межфазных границ [26].

Цель исследования – сравнить деформационное поведение, провести анализ микроструктуры образцов в условиях мягкого нагружения с одновременным нагревом до околосolidus температуры и определить возможность замены медленного нагрева композиционного материала на основе алюминиевого сплава В95, дискретно упрочненного частицами SiC, от 20 до 560 °С на быстрый нагрев от 540 до 560 °С.

2. Материал и методика

Предметом исследования выступает металломатричный композиционный материал, изготовленный по порошковой технологии из гранул высокопрочного алюминиевого сплава В95 с 10 масс. % частиц карбида кремния SiC. Химический состав матрицы соответствует алюминиевому сплаву В95 системы Al–Zn–Mg–Cu по ГОСТ 4784-2019.

Цилиндрические образцы диаметром 9 мм и высотой 10 мм из АМК подвергались осевому сжатию на испытательной сервогидравлической установке Instron 8801. На рис. 1 показаны образцы до и после деформации. При испытании образец № 1 помещали в холодную печь и нагревали до температуры 560 °С. Контроль температуры осуществляли с помощью термопары хромель-копель, приложенной к боковой поверхности образца. При этом за все время нагрева к образцу прикладывали давление, которое задавалось усилием на плунжер испытательной установки. В начальный момент времени усилие выбрано таким образом, чтобы создать давление в 8 МПа. Значение давления выбрано исходя из проведенных ранее исследований [24, 25]. Образец № 2 помещали в горячую печь и нагревали до 540 °С. Время нагрева образца № 2 и выдержки при 540 °С составляло 60 секунд. С учетом размеров образца, коэффициента теплопроводности, теплоемкости, температуры печи по критерию Био и Фурье определено, что нагреваемое тело является теплотехнически тонким, а время – достаточным для прогрева образца до 540 °С по всему сечению. Затем к образцу прикладывали усилие, соответствующее давлению 8 МПа, и происходил дальнейший нагрев до 560 °С. Поскольку нагрев образца № 2 от 540 до 560 °С во время деформации происходил в течение 5 минут, то он считался «быстрым» по сравнению с нагревом образца № 1. Время приложения нагрузки для достижения давления 8 МПа в начальный момент для обоих образцов составляло 5 секунд. Для обоих образцов усилие, задаваемое на плунжер, не менялось, поэтому при деформации увеличение площади контакта образца с инструментом приводило к уменьшению давления на образец. Неровности на боковой поверхности деформированных образцов вызваны соприкосновением с термопарой.



Рис. 1. Образец до испытания (а); образец № 1 после испытания (б); образец № 2 после испытания (в)

Во время испытаний отслеживали перемещение плунжера, время и температуру образца. Изменения высоты образцов определяли по перемещению пуансона во время испытания. Размеры образцов до и после испытаний измеряли микрометром и на инструментальном микроскопе. Истинная деформация e и скорость деформации ξ рассчитывали по следующим формулам [27]:

$$e = \ln(h_0/h),$$

$$\xi = \Delta e / \Delta t,$$

где h_0 – исходная высота образца; h – высота образца в момент времени t .

Для исследования микроструктуры образцы после деформирования разделены по осевому сечению. В месте реза производили шлифовку на наждачной бумаге № 180, 320, 800, 2000 и 2500 на шлифовально-полировальном станке, затем полировку вручную на алмазной пасте № 10/7, 7/5, 5/3, 3/2, 2/1, 1/0. Для получения картин дифракции обратно отраженных электронов дополнительно применяли ионную полировку с помощью устройства Linda SEMPrep2 в течение 30 минут при ускоряющем напряжении 10 кВ с углом наклона образца к ионному пучку, равным 7° .

Микроструктуру композита исследовали с использованием оптического микроскопа Neophot-21 при увеличениях от 50 до 1000 крат и на сканирующем электронном микроскопе Tescan Vega II XMU при увеличении 500 крат. EBSD-анализ выполнен с помощью программного комплекса к приставке Oxford HKL Nordlys F+.

Твердость по Виккерсу измеряли на автоматизированном микротвердомере VMHT AUTO map фирмы Leica Microsystems по шкале HV при нагрузке 3 Н в соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007. Данная нагрузка выбрана для минимизации влияния структурной неоднородности в местах расположения отпечатка.

3. Результаты и их обсуждение

На рис. 2 приведен график, отражающий изменение температуры при нагреве до заданных значений. Продолжительность испытания образца № 1 составила 64 минуты, а № 2 – 5 минут. Режим нагрева для образца № 1 имеет несколько участков: первый – приблизительно до 100°C , второй – от 100 до 500°C с практически линейной зависимостью от времени, после чего к моменту выхода на конечную, заданную для образца, температуру 560°C присутствует замедление нагрева (третий участок). Образец № 2 за время деформации находился в нагретом состоянии в диапазоне температур 540 – 560°C .

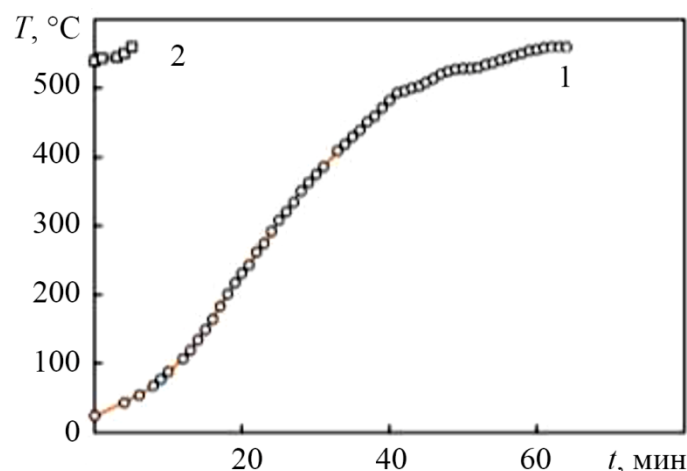


Рис. 2. Режимы нагрева образцов № 1 и № 2

Установлено, что образцы № 1 и № 2 деформируются до высоты 2,02 и 2,34 мм и истинной деформации 1,6 и 1,45 соответственно. Деформация образца № 1 начинается после 40-й минуты нагрева, температура при этом достигает 500 °С. Скорость деформации постепенно увеличивается начиная с температуры 500 °С (рис. 3а). Возрастание скорости деформации происходит через 47 мин от начала нагрева, при достижении температуры 520 °С, при этом давление на образец снижается до 6,5 МПа, а истинная деформация достигает значения 0,15. Максимальные значения скорости истинной деформации находятся в диапазоне 0,0018–0,0029 с⁻¹ при нагреве от 529 до 540 °С (рис. 3б). После нагрева до 540 °С происходит замедление деформации в результате снижения давления, при этом образец к этому моменту претерпевает осадку до истинной деформации 1,19.

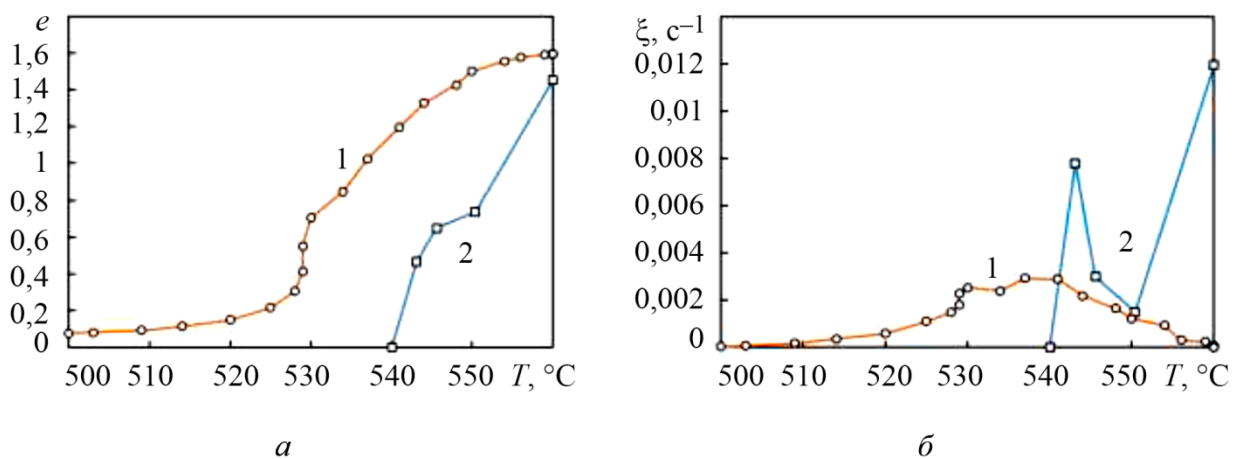


Рис. 3. Деформация (а) и скорость деформации (б) при нагреве до температур в диапазоне 500–560 °С: 1 – образец, деформированный по режиму 1; 2 – образец, деформированный по режиму 2 (см. рис. 2)

Нагрев образца № 2 происходит в течение 1 минуты, и деформация начинается, как только на образец воздействует давление. За первую минуту образец деформируется на 37 %. Вся деформация протекает за 5 минут. Значения скорости истинной деформации имеют несколько участков. Из-за инерции печи, выхолаживания и нелинейного режима нагрева, возникающего после помещения образца в нагретую печь, наблюдается падение скорости деформации с 0,008 до 0,0015 с⁻¹. Возможно, такое падение обусловлено накоплением дислокаций и запаздывающим процессом рекристаллизации. После достижения температуры 550 °С протекает частичная рекристаллизация и растворение всех фаз интерметаллидов, что вновь облегчает процесс деформации. При деформации 0,74 скорость деформации достигает максимального значения 0,012 с⁻¹ (рис. 3б).

С точки зрения обеспечения формоизменения установлено, что образцы деформируются без разрушения в условиях мягкого нагружения как при медленном, так и при быстром нагреве. При мягком нагружении задается величина нагрузки, которая остается постоянной на всем протяжении испытания.

На рисунке 4 представлено панорамное изображение макроструктуры образцов, разделенных в осевом сечении. Более детально структура образцов рассматривалась в периферийных (А и Б) и центральных (В) областях. На рисунке 5 представлены выделенные области. На рисунке 5 изображения образцов повернуты на 90 градусов относительно положения образца, приведенного на рисунке с панорамным изображением.

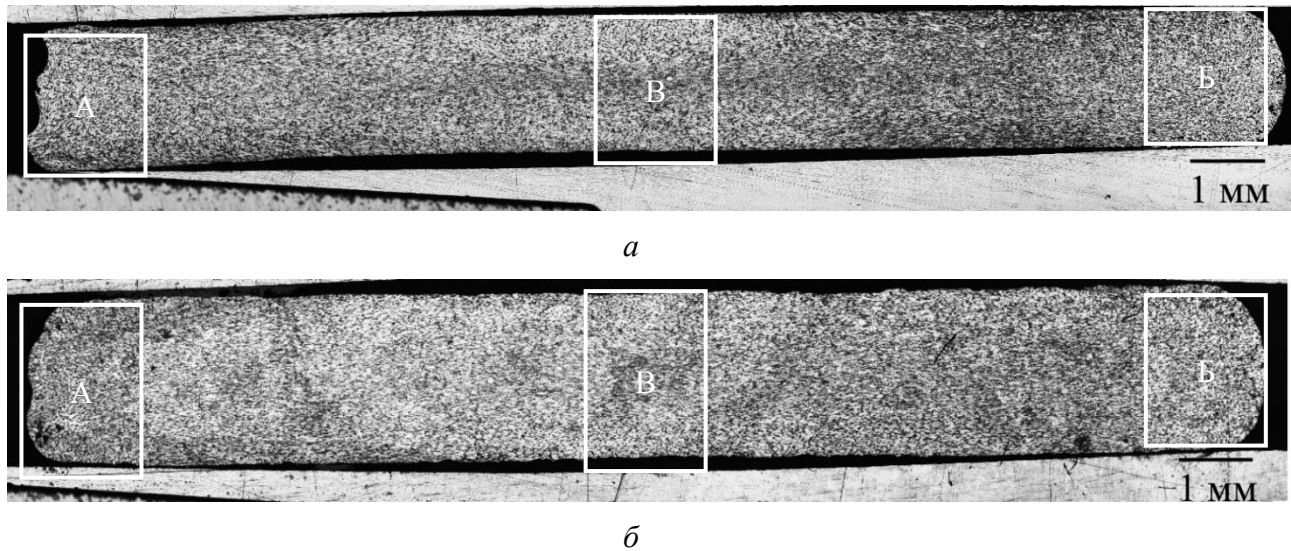


Рис. 4. Образцы после испытаний на осадку: образец № 1 (а), образец № 2 (б); увеличение 50

В периферийных участках образцов разницы в структуре не наблюдается. В этих областях интенсивность деформации минимальна по сравнению с другими участками, преобладают растягивающие напряжения. В макроструктуре отчетливо видны гранулы из алюминиевого сплава. В центральной части образцов различия более существенны. В середине центральной части образца № 1 перераспределение частиц карбида кремния произошло практически равномерно (рис. 5в). В образце № 2 матричные гранулы в некоторых местах все еще можно различить, хотя они и имеют вытянутую форму (рис. 5г). Главное различие между образцами находится в области ближе к деформирующему инструменту (плоским бойкам). В образце № 1 гранулы из алюминиевого сплава имеют вытянутую форму (рис. 5в), в то время как в образце № 2 сохраняется структура с отчетливо видимыми слегка деформированными гранулами (рис. 5г). В областях контакта образца № 1 с деформирующим инструментом границ между гранулами матричного сплава не наблюдается. То есть, несмотря на то что матричные гранулы имеют вытянутую форму, все же однозначно определить их первоначальное положение затруднительно. В образце № 2 в некоторых местах все же возможно определить границы гранул матрицы и скопления частиц карбида кремния.

Для оценки текстуры композита при EBSD-анализе система координат была выбрана следующим образом: ось X направлена параллельно плоскости деформирующего инструмента, ось Y направлена вдоль направления деформации при осадке. Фазовый состав композита: 67–77 % – доля матрицы, 6–8 % – доля карбида кремния. При анализе нулевые решения составляли 16–25 %, что допустимо для образцов, подвергнутых сильной пластической деформации [28].

После деформации в обоих образцах наблюдаются мелкодисперсные и равноосные зерна (рис. 6а и 7а), что свидетельствует о благоприятных условиях обработки [29]. В образцах основу матрицы композита составляют зерна алюминия с рекристаллизованной структурой, с преобладающим количеством малоугловых границ. В образце № 1 доля деформированных зерен составила 5 %, а рекристаллизованных – 70 % (рис. 6г и 6д). Во время формирования образца № 1 в композите успевает пройти практически полная рекристаллизация. Доля деформированных зерен в образце № 2 выше, чем в образце № 1, а именно 10 % против 5 % (рис. 7г и 7д). Рекристаллизованных зерен в образце № 2 меньше, 56 %. Во время деформационно-термической обработки образца № 2 в композите количество полностью рекристаллизованных зерен примерно на 15 % меньше по сравнению с режимом 1, а субзерен на 10 % больше, что свидетельствует о более медленном протекании рекристаллизационных

процессов. Однако более полная рекристаллизация снимает остаточные напряжения, а повышенное количество зерен, практически свободных от дислокаций, несомненно, положительно сказывается на пластичности композита.

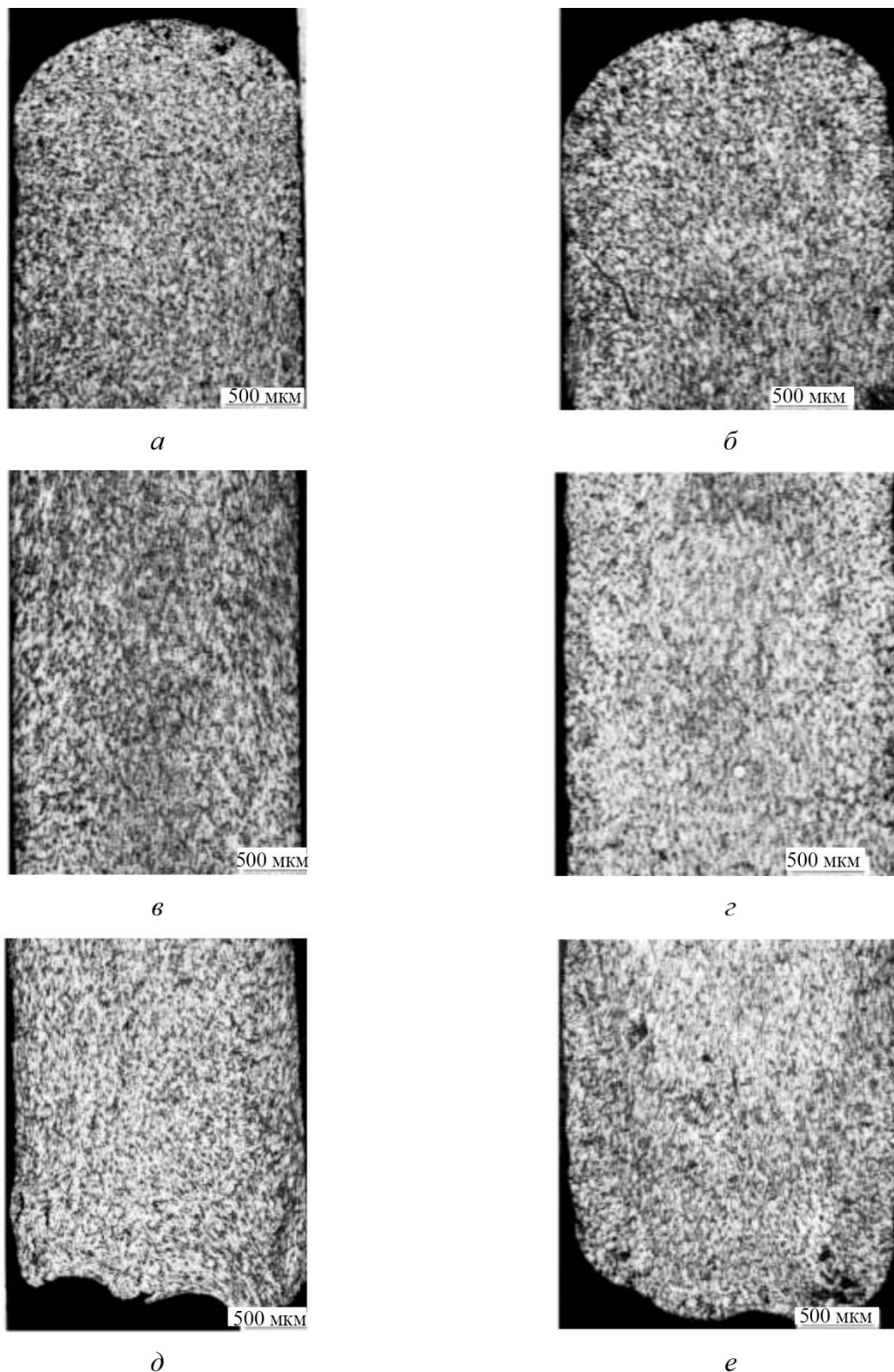


Рис. 5. Фрагменты образцов № 1 (*a* – область Б, *в* – область В, *д* – область А) и № 2 (*б* – область Б, *з* – область В, *е* – область А); 50×

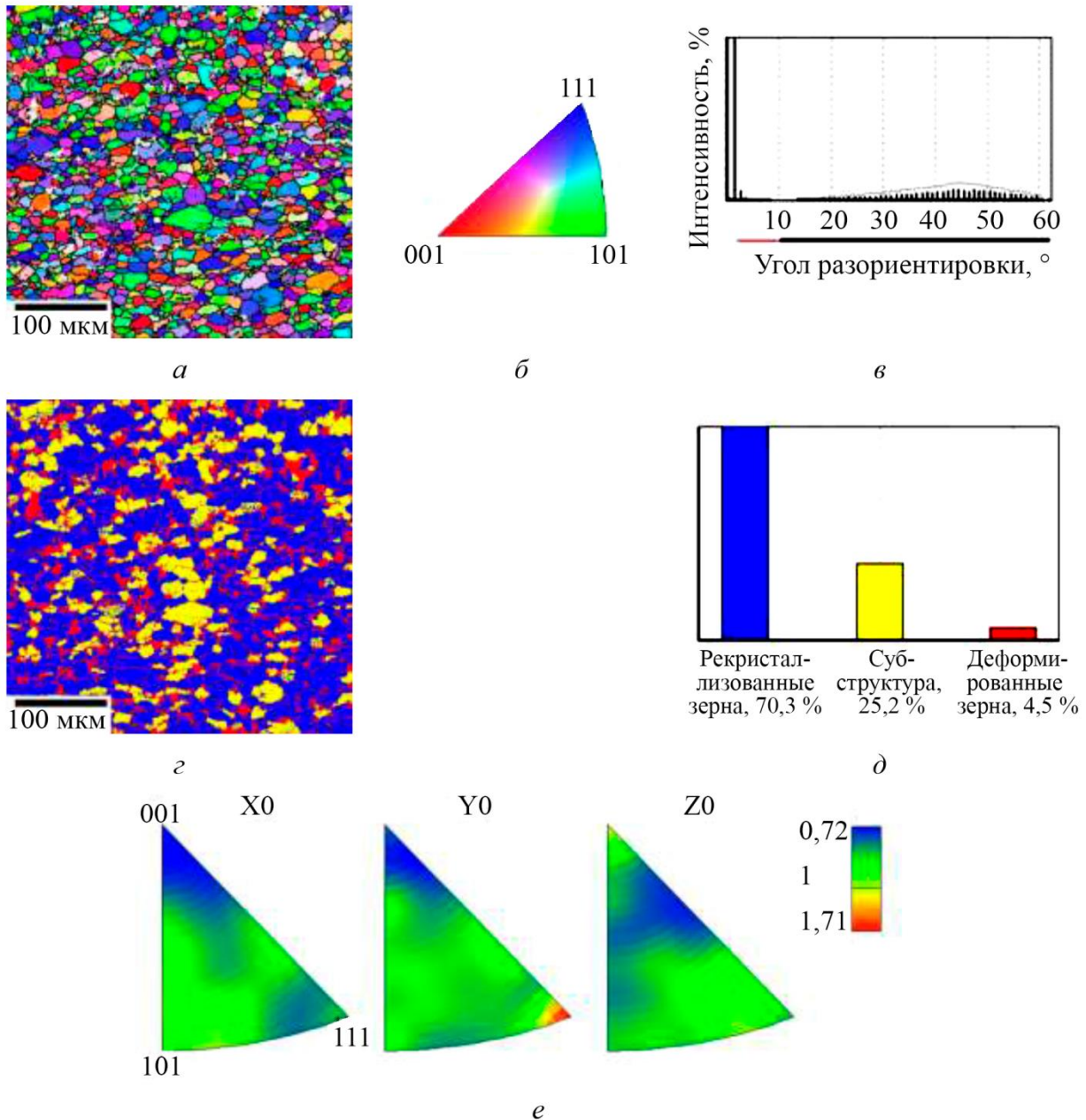


Рис. 6. EBSD-анализ образца № 1 из композиционного материала после деформации: карта разориентировок (а); легенда (б); распределение зерен алюминия по углам разориентировки (в); карта рекристаллизации (г); карта рекристаллизации с количественными показателями (д); обратная полюсная фигура (е)

После обработки образцов распределение границ зерен по углам разориентировки (рис. 6в и 7в) показывает, что значительную часть составляют малоугловые границы. Малоугловые границы, наблюдающиеся между субзернами, являются низкоэнергетическими дефектами, имеют дислокационное строение и обладают повышенной подвижностью относительно других типов [30, 31]. В образце № 2, по сравнению с образцом № 1, таких границ больше, как и субзерен, что может влиять на физические свойства материала в процессе деформации, например, уменьшая пластичность.

В образце № 1 наблюдается большая доля зерен размером от 8 до 18 мкм, по сравнению с образцом № 2. Доля зерен алюминия размером от 2 до 4 мкм самая высокая в обоих

случаях, 32 и 37 %. Количество зерен размером от 4 до 6 мкм примерно равное, 21 и 22 %. Такой результат наблюдается благодаря большей доли деформированных, более мелких, зерен в образце № 2 и рекристаллизованных, более крупных, зерен в образце № 1.

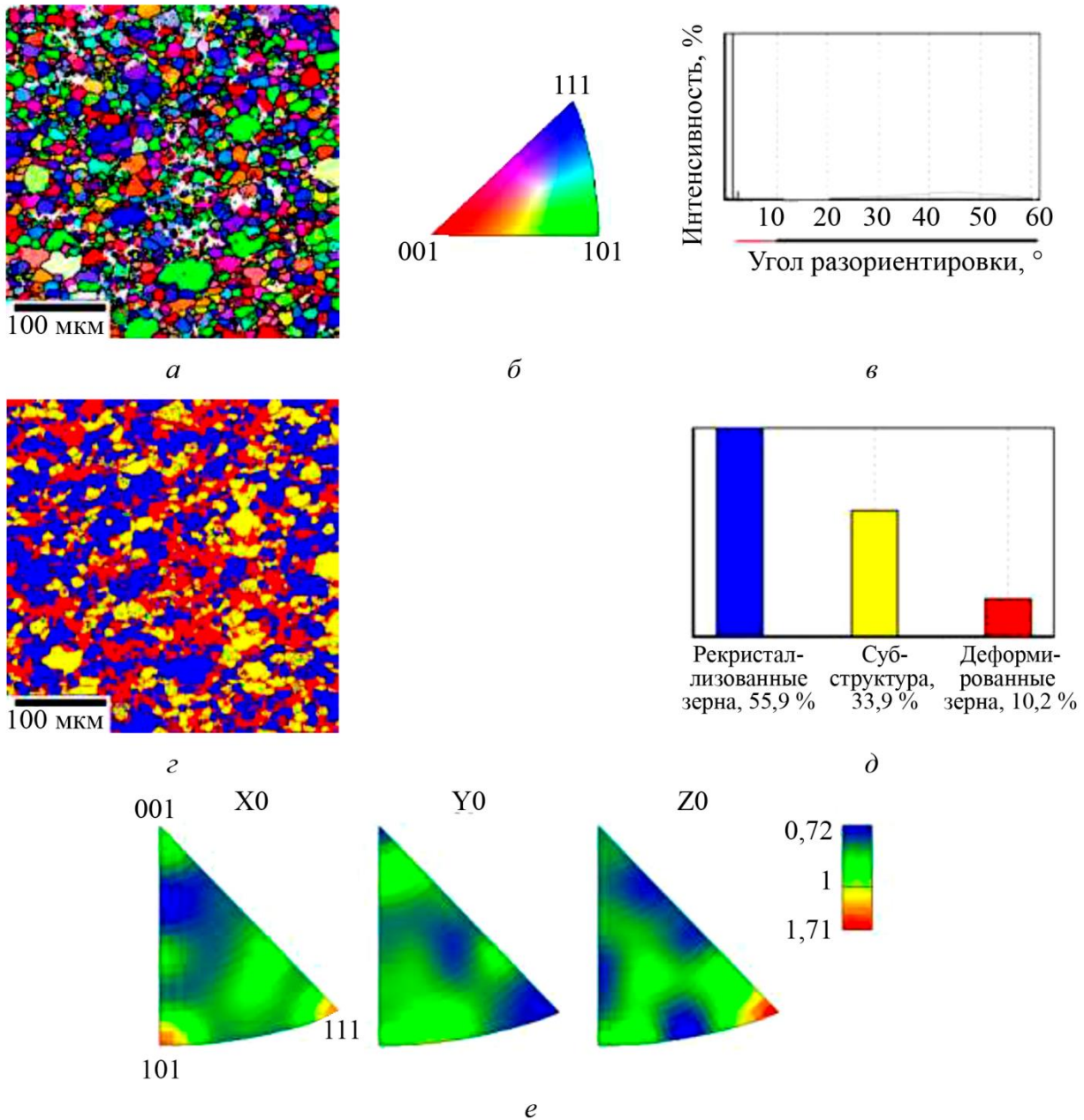


Рис. 7. EBSD-анализ образца № 2 из композиционного материала после деформации: карта разориентировок (а); легенда (б); распределение зерен алюминия по углам разориентировки (в); карта рекристаллизации (г); карта перекристаллизации с количественными показателями (д); обратная полюсная фигура (е)

Для выявления возможной текстуры в образцах были построены обратные полюсные фигуры (рис. 6е и 7е). Обратная полюсная фигура построена в области стандартного треугольника, образуемого тремя главными направлениями на стандартной проекции кристалла. Для образца № 1 характерна ориентировка плоскости $\langle 111 \rangle$ вдоль воздействия нагрузки. Такая ориентировка преобладает в материалах с ГЦК-решеткой, образцы кото-

рых подвергнуты горячему выдавливанию. В образце № 2 преобладает смешанная кристаллографическая ориентировка перпендикулярно оси нагружения $\langle 110 \rangle + \langle 211 \rangle$. Однако для обоих образцов преобладающие кристаллографические ориентировки не совпадают с примерами текстур цилиндрических образцов из металлов и сплавов с ГЦК-решеткой, подвергнутых осаждению [32].

Твердость по Виккерсу была определена на поперечном шлифе композита в двух перпендикулярных направлениях методом индентирования. Измерения проводили от края образца к центру в продольном направлении по оси X (рис. 8а) и от центра к краю образца в поперечном направлении по оси Y (рис. 8б).

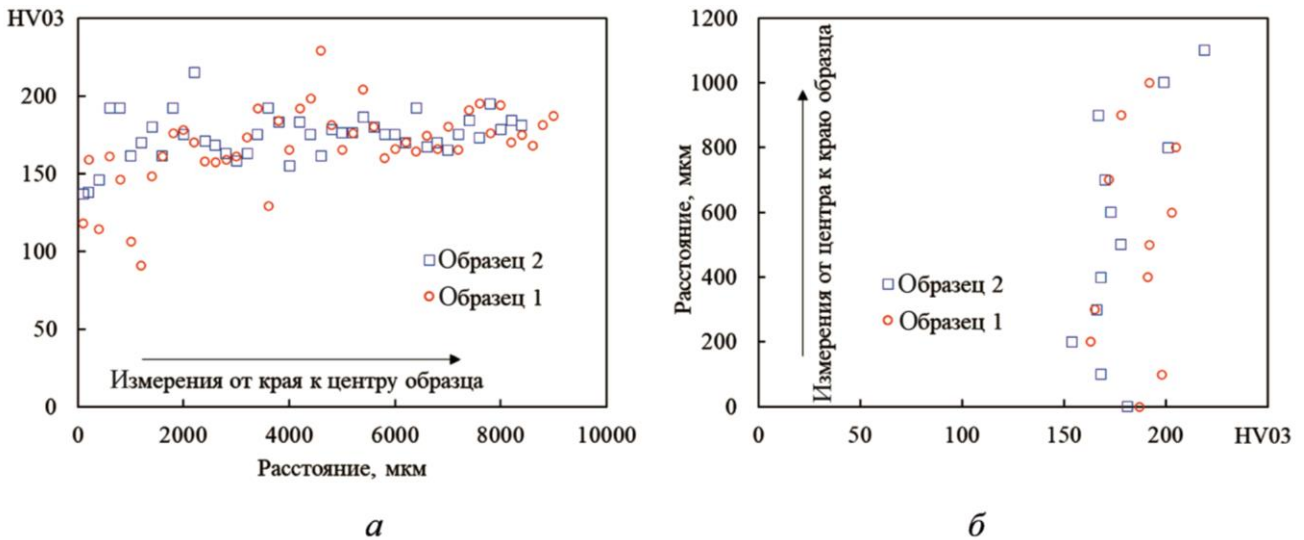


Рис. 8. Распределение микротвердости: по ширине поперечного шлифа (ось X) (а); по высоте поперечного шлифа (ось Y) (б)

Максимальное значение микротвердости материала 229 HV 0,3 зафиксировано на образце № 1 по ширине поперечного шлифа. В тоже время на краю образца № 1 наблюдаются самые низкие значения микротвердости. Среднее значение микротвердости обоих образцов находится в пределах 167–186 HV 0,3, что достаточно близко. Однако в направлениях по осям распределение значений микротвердости различается. Большую долю занимают значения выше 190 HV 0,3 в образце № 2 по оси X , тогда как по оси Y эта доля меньше по сравнению с образцом № 1 (рис. 9).

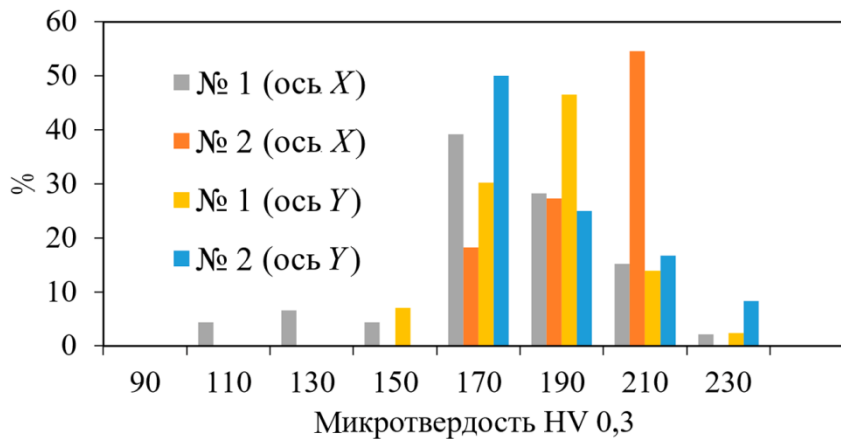


Рис. 9. Доля значений при измерении микротвердости

По результатам измерения можно сделать вывод, что выравнивание значений микротвердости по поперечному сечению идет ближе к центру для обоих образцов. Но наблюдается тенденция к росту микротвердости от центра к краю образца № 2 по оси Y , ближе к деформирующему инструменту (плоским бойкам). Первоначальное наблюдение в оптический микроскоп показало, что в этой области в образце № 1 гранулы из алюминиевого сплава имеют вытянутую форму, в то время как в образце № 2 сохраняется структура, близкая к первоначальной. Это может свидетельствовать о том, что, несмотря на большую деформацию, в гранулах алюминиевого сплава в образце № 1 за счет протекания рекристаллизации плотность дислокаций меньше.

4. Заключение

Обнаружено, что в условиях мягкого нагружения, вне зависимости от условий нагрева, возможно обеспечивать формоизменение исследованного АМК без разрушения. Однако анализ структур выявил, что постепенный нагрев от комнатной температуры (режим № 1) приводит к более равномерному распределению частиц SiC по сечению. В периферийных участках образцов разницы в структуре не наблюдается, матричные гранулы слегка деформированы. В центральной части образцов ближе к деформирующему инструменту (плоским бойкам) различия самые существенные. В образце № 1 матричные гранулы имеют сильно вытянутую форму, наблюдается разбиение скоплений и перераспределение частиц SiC, в то время как в образце № 2 ячеистое строение АМК сохраняется с небольшой деформацией матричных гранул.

После деформации в условиях мягкого нагружения для двух образцов, отличающихся режимом нагрева, в центральной части распределение зерен по размеру имеет схожий характер. Однако в материале при медленном нагреве, во-первых, зерна алюминиевого сплава имеют преимущественно кристаллографическую ориентировку $\langle 111 \rangle$ вдоль оси деформации. После деформации с быстрым нагревом преобладают смешанные кристаллографические ориентировки перпендикулярно оси деформации. Во-вторых, при постепенном нагреве доля рекристаллизованных зерен выше по сравнению с образцом с быстрым нагревом. В образце № 2 малоугловых границ находится больше, чем в образце № 1, так как больше доля субзерен.

Для обоих образцов средние значения микротвердости достаточно близки и находятся в пределах 167–186 HV 0,3. Однако распределение значений микротвердости различается. Для образца с медленным нагревом тенденции к росту значений микротвердости не наблюдается в областях с высокими значениями пластической деформации, что может свидетельствовать о более полном протекании процесса рекристаллизации и уменьшении плотности дислокаций. В образце № 2 доля деформированных зерен больше, что привело к большей доле высоких значений микротвердости.

Сокращение времени процесса за счет деформации заготовки в горячей печи не способствует качественной проработке материала из-за образования застойных зон в областях контакта с инструментом. При применении процесса закрытой штамповки с постепенным режимом нагрева, как для образца № 1, можно использовать композиционный материал в состоянии сразу после спекания. В этом случае можно исключить предварительную деформационно-термическую обработку.

Благодарность

Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН в соответствии с государственным заданием ИМАШ УрО РАН. Авторы выражают признательность заведующему лабораторией микромеханики материалов д. т. н. С. В. Смирнову за предоставленный материал для образцов.

Литература

1. Курганова Ю. А., Колмаков А. Г. Конструкционные металломатричные композиционные материалы : учебное пособие. – Москва : Издательство МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2015. – 141 с.
2. Kainer K. Basics of Metal Matrix Composites. – WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2006. – 309 p.
3. Miracle D. B. Metal matrix composites – from science to technological significance // Composites Science and Technology. – 2005. – Vol. 65, iss. 15–16. – P. 2526–2540. – DOI: 10.1016/j.compscitech.2005.05.027.
4. Металломатричные композиционные материалы на основе Al-SiC / Е. Н. Каблов, Б. В. Щетанов, Д. В. Гращенков, А. А. Шавнев, А. Н. Няфкин // Авиационные материалы и технологии. – 2012. – № 5. – С. 373–380.
5. Особенности применения конструкционного металлического композиционного материала на основе алюминиевого сплава, армированного частицами SiC. Часть 1 (обзор) / А. А. Шавнев, В. В. Березовский, Ю. А. Курганова // Новости материаловедения. Наука и техника. – 2015. – № 3 (15). – С. 3–10.
6. Шавнев А. А., Березовский В. В., Курганова Ю. А. Особенности применения конструкционного металлического композиционного материала на основе алюминиевого сплава, армированного частицами SiC. Часть 2 (обзор) // Новости материаловедения. Наука и техника. – 2015. – № 3 (15). – С. 11–17.
7. Механические свойства алюмоматричных композиционных материалов, упрочненных частицами SiC, в зависимости от матричного сплава (обзор) / Е. А. Стоякина, Е. И. Курбаткина, В. Н. Симонов, Д. В. Косолапов, А. В. Гололобов // Труды ВИАМ. – 2018. – № 2 (62). – С. 62–73. – DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-8-8.
8. Vani V. V., Chak S. K. The effect of process parameters in aluminum metal matrix composites with powder metallurgy // Manufacturing Review. – 2018. – Vol. 5 (7). – DOI: 10.1051/mfreview/2018001.
9. Sharma M. M., Ziemian C. W., Eden T. J. Fatigue behavior of SiC particulate reinforced spray-formed 7XXX series Al-alloys // Materials & Design. – 2011. – Vol. 32, iss. 8–9. – P. 4304-4309. – DOI: 10.1016/j.matdes.2011.04.009.
10. Rheological behavior and the formation of the microstructure of a composite based on an Al-Zn-Mg-Cu Alloy with a 10% SiC content / A. S. Smirnov, G. A. Belozarov, A. V. Konovalov, V. P. Shveikin, O. Yu. Muizemnek // AIP Conference Proceedings. – 2016. – Vol. 1785. – 040068. – DOI: 10.1063/1.4967125.
11. Особенности термической обработки композиционных материалов с алюминиевой матрицей (обзор) / Е. И. Курбаткина, А. А. Шавнев, Д. В. Косолапов, А. В. Гололобов // Труды ВИАМ. – 2017. – № 11 (59). – С. 82–97. – DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-9-9.
12. Effect of heat treatment on the structure and phase composition of aluminum matrix composites containing silicon carbide / N. B. Pugacheva, I. Yu. Malygina, N. S. Michurov, E. I. Senaeva, N. P. Antenorova // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2017. – Iss. 6. – P. 28–36. – DOI: 10.17804/2410-9908.2017.6.028-036. – URL: http://dream-journal.org/issues/2017-6/2017-6_161.html.doi.org/10.17804/2410-9908.2017.6.028-036
13. Structure and thermophysical properties of aluminum-matrix composites / N. B. Pugacheva, N. S. Michurov, E. I. Senaeva, T. M. Bykova // The Physics of Metals and Metallography. – 2016. – Vol. 117, No. 11. – P. 1188–1195. – DOI: 10.1134/S0031918X16110119.
14. A fracture locus for a 50 volume-percent Al/SiC metal matrix composite at high temperature / S. V. Smirnov, D. I. Vichuzhanin, A. V. Nesterenko, N. B. Pugacheva, A. V. Konovalov // International Journal of Material Forming. – 2017. – Vol. 10, iss. 5. – P. 831–843. – DOI: 10.1007/s12289-016-1323-6.

15. Xiong Z., Geng L., Yao C. K. Investigation of high-temperature deformation behavior of a SiC whisker reinforced 6061 aluminium composite // *Composites Science and Technology*. – 1990. – Vol. 39, iss. 2. – P. 117–125. – DOI: 10.1016/0266-3538(90)90050-F.
16. Razaghian A., Yu D., Chandra T. Fracture behaviour of a SiC-particle-reinforced aluminium alloy at high temperature // *Composites Science and Technology*. – 1998. – Vol. 58, iss. 2. – P. 293–298. – DOI: 10.1016/S0266-3538(97)00130-9.
17. Исследование структуры и свойств металлического композиционного материала системы Al–Zn–Mg–Cu/SiC / Е. И. Курбаткина, Д. В. Косолапов, А. В. Гололобов, А. А. Шавнев // *Цветные металлы*. – 2019. – № 1. – С. 40–45.
18. Čadek J., Kuchařová K., Zhu S. J. High temperature creep behaviour of an Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si alloy reinforced with silicon carbide particulates // *Materials Science and Engineering: A*. – 2000. – Vol. 283, iss. 1–2. – P. 172–180. – DOI: 10.1016/S0921-5093(00)00706-1.
19. Čadek J., Kuchařová K., Zhu S. J. Transition from athermal to thermally activated detachment of dislocations from small incoherent particles in creep of an Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si alloy reinforced with silicon carbide particulates // *Materials Science and Engineering: A*. – 2001. – Vol. 297, iss. 1–2. – P. 176–184. – DOI: 10.1016/S0921-5093(00)01258-2.
20. Ma Z. Y., Tjong S. C. High-temperature creep behaviour of SiC particulate reinforced Al-Fe-V-Si alloy composite // *Materials Science and Engineering: A*. – 2000. – Vol. 278, iss. 1. –2. – P. 5–15. – DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00613-9.
21. Mechanical and fracture behaviour of a SiC-particle-reinforced aluminum alloy at high temperature / D. Božić, M. Vilotijević, V. Rajković, Ž. Gnjidić // *Materials Science Forum*. – 2005. – Vol. 494. – P. 487–492. – DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.494.487.
22. Экспериментальное исследование кратковременной неустановившейся ползучести алюмоматричного композита в условиях одноосного сжатия / С. В. Смирнов, Д. И. Крючков, А. В. Нестеренко, И. М. Березин, Д. И. Вичужанин // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика*. – 2018. – № 4. – С. 98–105. – DOI: 10.15593/perm.mech/2018.4.09.
23. A fracture locus for a 10 volume-percent B95/SiC metal matrix composite at the near-solidus temperature / D. I. Vichuzhanin, S. V. Smirnov, A. V. Nesterenko, A. S. Igumnov // *Letters on Materials*. – 2018. – Vol. 8, iss. 1. – P. 88–93. – DOI: 10.22226/2410-3535-2018-1-88-93.
24. Studying the short-term high-temperature creep in the Al-6Zn-2.5Mg-2Cu/10SiCp aluminum matrix composite / N. B. Pugacheva, D. I. Kryuchkov, A. V. Nesterenko, S. V. Smirnov, V. P. Shveikin // *Physics of Metals and Metallography*. – 2021. – Vol. 122 (8). – P. 782–788. – DOI: 10.1134/S0031918X21080111.
25. Influence of all-round forging under short-term creep conditions on the structure and mechanical properties of the Al7075/10SiCp composite with an aluminum matrix / D. I. Kryuchkov, A. V. Nesterenko, S. V. Smirnov, N. B. Pugacheva, D. I. Vichuzhanin, T. M. Bykova // *Physics of Metals and Metallography*. – 2021. – Vol. 122 (10). – P. 981–990. – DOI: 10.1134/S0031918X21100069.
26. Su Y. H. F., Chen Y. C., and Tsao C. Y. A. Workability of spray-formed 7075 Al alloy reinforced with SiCp at elevated temperatures // *Materials Science and Engineering A*. – 2004. – Vol. 364. – P. 296–304.
27. Смирнов-Аляев Г. А. Сопротивление материалов пластическому деформированию. – Москва : Издательство «Машиностроение», 1978. – 368 с.
28. Смирнов А. С., Коновалов А. В. Моделирование реологического поведения и формирования микроструктуры металломатричных композитов системы Al-SiC в условиях высоких температур деформаций // XII Всероссийский съезд по фундаментальным проблемам теоретической и прикладной механики, Уфа, 19–24 августа 2019 г. : сборник трудов : в 4-х т. – Уфа : Башкирский государственный университет, 2019. – С. 145–1460. – Т. 3.

29. Jiang J., Chen G., Wang Y. Compression mechanical behaviour of 7075 aluminium matrix composite reinforced with nano-sized SiC particles in semisolid state // *Journal of Materials Science & Technology*. – 2016. – Vol. 32. – P. 1197–1203. – DOI: 10.1016/j.jmst.2016.01.015.
30. Through-thickness heterogeneity and in-plane anisotropy in creep aging of 7050 Al alloy / T. J. Bian, H. Li, J. C. Yang, C. Lei, C. H. Wu, L. W. Zhang, G. Y. Chen // *Materials & Design*. – 2020. – Vol. 196. – P. 109–190.
31. Влияние пластической деформации на изменение разориентировки границ в металлических материалах: учебное пособие / Г. А. Салищев, С. Ю. Миронов, С. В. Жеребцов, А. Н. Беляков // *Materials Physics and Mechanics*. – 2016. – № 25. – С. 42–48.
32. Лобанов М. Л. Методы исследования текстур в материалах : учеб.-метод. пособие / М. Л. Лобанов, А. С. Юровских, Н. И. Кардолина, Г. М. Русаков. – Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2014. – 115 с.

Received: 25.10.2023

Revised: 28.11.2023


Accepted: 29.12.2023



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.5.026-034

EFFECT OF LOW-TEMPERATURE ANNEALING IN AIR ON THE DEFECT STRUCTURE OF OXIDE NANOPARTICLES

V. B. Vykhodets^{a)} and T. E. Kurennykh^{b), *}

*M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0001-9522-9147>;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0001-9859-3374>  kurennykh@imp.uran.ru

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

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

Тел.: +7 (343) 378-3846

It has been found that low-temperature annealing in air changes the defect structure of YSZ10 oxide nanoparticles synthesized by means of the laser evaporation of a ceramic target. The study is carried out with the use of deuterium probes. At a temperature of 350 °C, with increasing annealing time, a monotonic decrease in the concentration of oxygen vacancies near the surface of nanoparticles is observed. This dependence is extreme at 200 °C; at its first stage, the concentration of vacancies in the surface atomic layer of nanoparticles increases with time. An approach is proposed for the synthesis of nanoparticles with severe oxygen deficiency near the surface of oxide nanoparticles.

Keywords: nuclear reaction techniques, deuterium probes, YSZ10, nanopowder, defect structure

Acknowledgment

The research was carried out under the state assignment from the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (theme Function, No. 122021000035-6).

References

1. Chen, Z., Zhao, Y., Ma, J., Liu, C., and Ma, Y. Detailed XPS analysis and anomalous variation of chemical state for Mn- and V-doped TiO₂ coated on magnetic particles. *Ceramics International*, 2017, 43 (18), 16763–16772. DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.09.071.
2. Salazar Cuaila, J.L., Alayo, W., and Avellaneda, C.O. Ferromagnetism in spin-coated cobalt-doped TiO₂ thin films and the role of crystalline phases. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2017, 442, 212–217. DOI: 10.1016/j.jmmm.2017.06.122.
3. Li, D., Li, D.K., Wu, H.Z., Liang, F., Xie, W., Zou, C.W., and Shao, L.X. Defects related room temperature ferromagnetism in Cu-implanted ZnO nanorod arrays. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, 591, 80–84. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.205.
4. Kamat, P.V. TiO₂ nanostructures: recent physical chemistry advances. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2012, 116 (22), 11849–11851. DOI: 10.1021/jp305026h.
5. Jraba, A., Anna, Z., and Elaloui, E. Effects of Sr²⁺, Fe³⁺ and Al³⁺ doping on the properties of TiO₂ prepared using the sol-gel method. *Comptes Rendus Chimie*, 2019, 22, 648–658. DOI: 10.1016/j.crci.2019.10.003.

6. Krutikova, I., Ivanov, M., Murzakaev, A., and Nefedova, K. Laser-synthesized Ce^{3+} and Pr^{3+} doped Y_2O_3 nanoparticles and their characteristics. *Materials Letters*, 2020, 265, 127435. DOI: 10.1016/j.matlet.2020.127435.
7. Ghosh, S. and Nambissan, P.M.G. Evidence of oxygen and Ti vacancy induced ferromagnetism in post-annealed undoped anatase TiO_2 nanocrystals: a spectroscopic analysis. *Journal of Solid State Chemistry*, 2019, 275, 174–180. DOI: 10.1016/j.jssc.2019.04.010.
8. Gunkel, F., Christensen, D.V., Chen, Y.Z., and Pryds, N. Oxygen vacancies: the (in)visible friend of oxide electronics. *Applied Physics Letters*, 2020, 116, 120505. DOI: 10.1063/1.5143309.
9. Liu, T., Chen, W., Ju, H., Yan, S., and Ma, W. Characterization of YSZ ceramic nanopowders synthesized at different temperatures via polyacrylamide gel method. *J. Wuhan Univ. Technol.-Mat. Sci. Edit.*, 2020, 35, 528–534. DOI: 10.1007/s11595-020-2289-2.
10. Vykhodets, V.B. and Kurennykh, T.E. Characterization of defect structure of oxide nanoparticles with the use of deuterium probes. *RSC Advances*, 2020, 10, 3837–3843. DOI: 10.1039/C9RA05451K.
11. Jarvis, E.A.A., Carter, E.A. Metallic character of the $\text{Al}_2\text{O}_3(0001)-(\sqrt{31}\times\sqrt{31})\text{R}\pm 9^\circ$ surface reconstruction. *The Journal of Physical Chemistry B*, 2001, 105 (18), 4045–4052. DOI: 10.1021/jp003587c.
12. Vykhodets, V.B., Jarvis, E.A.A., Kurennykh, T.E., Beketov, I.V., Obukhov, S.I., Samatov, O.M., Medvedev, A.I., Davletshin, A.E., and Whyte, T. Inhomogeneous depletion of oxygen ions in oxide nanoparticles. *Surface Science*, 2016, 644, 141–147. DOI: 10.1016/j.susc.2015.10.011.
13. Brunauer, S., Emmett, P.H., and Teller, E. Adsorption of gases in multimolecular layers. *Journal of the American Chemical Society*, 1938, 60 (2), 309–319. DOI: 10.1021/JA01269A023.
14. Vykhodets, V.B., Nefedova, O.A., Obukhov, S.I., Kurennykh, T.E., Danilov, S.E., and Vykhodets, E.V. Application of the nuclear reaction analysis online technique to study the diffusion of deuterium in metals. *JETP Letters*, 2018, 107, 211–215. DOI: 10.1134/S0021364018040148.

Подана в журнал: 25.10.2023


УДК 546.02; 546.06



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.5.026-034

ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫХ ОТЖИГОВ НА ВОЗДУХЕ НА ДЕФЕКТНУЮ СТРУКТУРУ ОКСИДНЫХ НАНОЧАСТИЦ

В. Б. Выходец^{а)}, Т. Е. Куренных^{б), *}

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов им. М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620137, Россия*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-9522-9147>;

^{б)}  <https://orcid.org/0000-0001-9859-3374>  kurennykh@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: kurennykh@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия
Тел.: +7 (343) 378-38-46

Установлено, что низкотемпературные отжиги на воздухе приводят к изменению дефектной структуры наночастиц оксида YSZ10, синтезированных по технологии лазерного испарения керамической мишени. Исследование выполнено с помощью методики дейтериевых зондов. При температуре 350 °С при увеличении времени отжига наблюдалось монотонное уменьшение концентрации кислородных вакансий вблизи поверхности наночастиц. При 200 °С эта зависимость была экстремальной, на ее первом этапе концентрация вакансий в поверхностном атомном слое наночастиц возрастала со временем. Предложен подход для синтеза наночастиц с сильным дефицитом кислорода вблизи поверхности оксидных наночастиц.

Ключевые слова: метод ядерных реакций, дейтериевые зонды, YSZ10, нанопорошок, дефектная структура

1. Введение

Оксидные нанопорошки широко применяются в различных областях техники [1–6]: электронике, электрохимических устройствах, преобразователях солнечной энергии, фотокатализе, водородной энергетике, при производстве конструкционных материалов, в медицине и других. Физико-химические и функциональные свойства нанопорошков в значительной мере определяются дефектной структурой наночастиц: концентрацией точечных дефектов, их типом и пространственным распределением [7–9]. Для их исследования применяется широкий набор методик, в том числе метод дейтериевых зондов (ДЗ) [10]. В его основе лежит тот факт, что при отжиге нанопорошков в дейтерии образуются кластеры, состоящие из атомов дейтерия и точечных дефектов. Концентрацию дейтерия в нанопорошках при применении метода ДЗ определяли с помощью анализа ядерных реакций (NRA). С помощью методики ДЗ была исследована дефектная структура наночастиц диоксида титана TiO₂ и кубического диоксида циркония YSZ10, допированного на 10 мол. % оксидом иттрия. Было установлено, что с помощью методики ДЗ регистрируются дефекты, характеризующиеся дефицитом кислорода и расположенные в поверхностном атомном слое наночастиц. В нанопорошках TiO₂ и YSZ10 они представляют собой комплексы кислородных вакансий, а в нанопорошках TiO₂, допированных кобальтом, – вакансионные диски. Отсутствие атомов кислорода в поверхностном атомном слое оксидов при их термодинамическом равновесии с вакуумом или воздухом было предсказано в нескольких теоретических работах, в частности в [11], и получило подтверждение для наночастиц нескольких оксидов, в том числе YSZ10, в работе [12]. В них предметом исследований было состояние наночастиц вблизи температур плавления,

которое реализуется при синтезе нанопорошков с помощью технологии лазерного распыления керамической мишени. Получению результата, предсказанного теориями, благоприятствовала высокая температура наночастиц при их синтезе, она обеспечивала быстрое достижение термодинамического равновесия в системе. При охлаждении наночастицы поглощали кислород, их химический состав приближался к стехиометрическому и становился практически таковым при комнатной температуре. Это происходило из-за взаимодействия наночастиц с окружающей атмосферой. Состояние оксидных наночастиц с большим дефицитом кислорода в поверхностном атомном слое представляет интерес для теории и практики, и актуальной является задача их получения при комнатной температуре.

В работе исследовано влияние отжига порошков YSZ10 на воздухе на дефектную структуру оксидных наночастиц, синтезированных по технологии лазерного испарения керамической мишени. При постановке работы мы исходили из предположения, что во время отжига могут протекать процессы, приводящие как к уменьшению, так и к увеличению концентрации дефектов в наночастицах. Следовательно, может быть получена информация о механизме формирования наночастиц с дефицитом кислорода. Уменьшение концентрации дефектов будет происходить, например, из-за поступления кислорода в наночастицы из воздуха, а возрастание – из-за протекания процессов, приводящих систему в состояние термодинамического равновесия, характеризующееся, как отмечалось выше, структурой с отсутствием атомов кислорода в наружном атомном слое оксида. Для получения информации об этих процессах в работе применена методика ДЗ, рамках которой возрастание концентрации дейтерия в порошках будет свидетельствовать об образовании на поверхности наночастиц комплексов кислородных вакансий, а уменьшение, напротив, – о формировании оксида стехиометрического состава. Основанием для применения этого подхода является то обстоятельство, что метод ДЗ регистрирует наличие дефектов в поверхностном атомном слое наночастиц TiO_2 и YSZ10, хотя эти наночастицы при комнатной температуре являются практически стехиометрическими. Эти факты не противоречат друг другу, поскольку кислород, поступающий в наночастицы YSZ10 при их охлаждении, является адсорбированным или хемосорбированным, т. е. не входит в состав кристаллической решетки оксида. Об этом свидетельствуют данные об изменении химического состава нанопорошка YSZ10 при его нагреве в вакуумной камере ускорительной установки до 400 °C [12]. При такой операции состав оксида по кислороду вернулся к тому, который был к моменту завершения высокотемпературного синтеза, т. е. с отсутствием кислорода в поверхностном атомном слое наночастиц.

2. Образцы и методики

Образцы нанопорошков получали методом лазерного испарения керамической мишени. Исходным материалом для изготовления мишени являлся коммерческий микропорошок YSZ10 ($\text{ZrO}_2 - 10$ мол. % Y_2O_3). Рентгеновский анализ показал кубическую структуру с параметрами решетки 0,5145 нм. При синтезе нанопорошков использовался волоконный иттербиевый лазер с длиной волны 1,07 мкм и максимальной мощностью 1 кВт. При синтезе лазерное испарение керамической мишени проводили в инертной атмосфере (аргон или гелий). Для получения частиц с различным средним размером варьировали тип инертного газа (аргон или гелий), давление газа и мощность лазера, при синтезе использовался как импульсный, так и непрерывный режимы лазерного облучения мишени [12]. Было получено три нанопорошка с удельными поверхностями 41, 83 и 171 м²/г.

Удельную поверхность порошков (S) определяли методом БЭТ [13]. По данным просвечивающей электронной микроскопии, нанопорошки имели узкие распределения частиц по размерам и не содержали частиц размером более 1 мкм, поскольку аппарат синтеза оборудован для удаления более крупных частиц. Рентгеноструктурный анализ (РФА) нанопорошков проводили на дифрактометре Discover D8 (Bruker), работающем при напряжении 40 кВ и токе 40 мА, с Cu-K α -излучением ($\lambda = 0,1542$ нм), оснащенном графитовым монохро-

матором на вторичном дифрагированном пучке. Для количественного анализа использовалось программное обеспечение Bruker TOPAS-3 с полнопрофильной доработкой по Ритвельду. Средний размер областей когерентной дифракции (размер кристаллитов) оценивали с использованием подхода Шеррера с поправочным коэффициентом 0,89. Спектры рентгеновской дифракции свидетельствовали о том, что все нанопорошки являются однофазными с кубической решеткой. Ширина дифракционных линий монотонно увеличивается с увеличением удельной поверхности порошков. Форма линий показывает, что в нанопорошках практически отсутствуют аморфная фаза и микронапряжения [12].

Отжиги порошков проводили в кварцевой трубе. Порошки с разной удельной поверхностью размещали в ячейках кварцевой лодочки, что исключало перемешивание порошков при отжигах и позволяло одновременно отжигать порошки с разной S в разных температурно-временных режимах. Температуру измеряли с помощью хромель-алюмелевой термопары с точностью 1 °С. Градиент температуры в зоне расположения образцов практически отсутствовал. При выполнении исследования отжиги проводились первоначально на воздухе, а затем в атмосфере дейтерия. Температура отжигов на воздухе была 200 и 350 °С, время отжига менялось от 15 минут до 2 часов. Время отжига в дейтерии составляло 15 минут при температуре 400 °С и давлении дейтерия 0,6 атм.

Измерения концентраций дейтерия и кислорода с помощью NRA проводили на 2 МВ ускорителе Ван де Граафа, использовали реакции ${}^2\text{H}(d,p){}^3\text{H}$ и ${}^{16}\text{O}(d,p_0){}^{17}\text{O}^*$ при энергии частиц первичного пучка 650 кэВ. Для проведения исследований частицы нанопорошков впрессовывались в индиевую пластину, которая располагалась перпендикулярно первичному пучку дейтронов, диаметр которого составлял 2 мм. Регистрацию продуктов ядерной реакции (протонов) проводили с помощью кремниевого поверхностно-барьерного детектора, угол регистрации продуктов реакции был 160°. Дозу облучения определяли с помощью вторичного монитора со статистической погрешностью около 1 %. Для определения значений S_D из спектров продуктов ядерных реакций использовали процедуру сравнения [10, 12, 14] спектров от исследуемых образцов и эталонного образца с постоянной по глубине концентрацией дейтерия. Эталонном был дейтерид $\text{ZrCr}_2\text{D}_{0.12}$. Среднеквадратичная ошибка в измерении S_D была ~5 %. Подробно методика исследований на ускорителе описана в работах [10, 12, 14].

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлены выборочные спектры продуктов ядерных реакций ${}^{16}\text{O}(d,p_0){}^{17}\text{O}^*$ и ${}^2\text{H}(d,p){}^3\text{H}$, полученных в работе. Они иллюстрируют состав исследованных образцов по изотопам легких элементов, а также влияние условий обработки нанопорошков на содержание в них дейтерия. Исследования проводили при 200 и 350 °С, за пределами этого температурного интервала они были нецелесообразны. При $T < 200$ °С отжиги порошков на воздухе не приводили к заметному изменению содержания дейтерия, а при $T > 350$ °С при отжигах значительно увеличивался размер наночастиц, что осложняло интерпретацию результатов.

При анализе данных, представленных на рис. 2 и 3, нужно иметь в виду, что короткие и даже более длительные отжиги порошков в дейтерии при 400 °С не приводят к заметному изменению дефектной структуры YSZ10. Этот результат был получен в работе [10]. Это дает основания считать зависимости концентраций дейтерия S_D от времени отжига на воздухе на рис. 2 и 3 обусловленными исключительно изменениями дефектной структуры наночастиц. Видно, что данные для 200 и 350 °С, при получении которых проводились одинаковые отжиги порошков в дейтерии, существенно отличаются друг от друга.

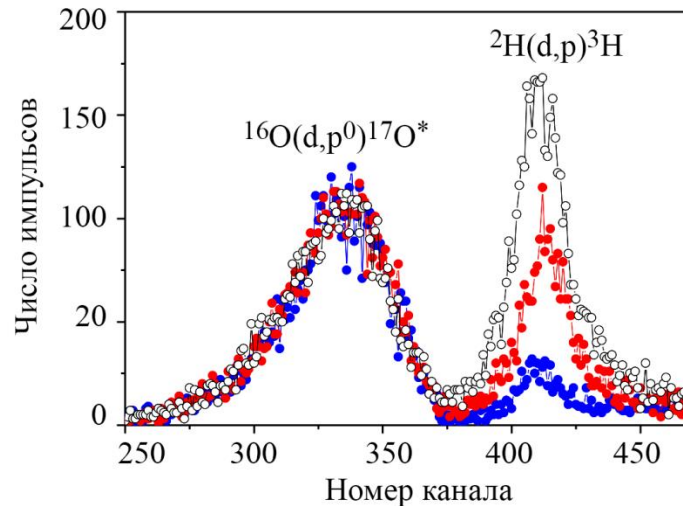


Рис. 1. Влияние продолжительности отжига на воздухе при 350 °С на спектры продуктов ядерных реакций $^{16}\text{O}(\text{d},\text{p})^{17}\text{O}^*$ и $^2\text{H}(\text{d},\text{p})^3\text{H}$ от нанопорошка YSZ10 с $S = 171 \text{ м}^2/\text{г}$: черный – исходный, без отжига; красный – 45 мин; синий – 2 ч

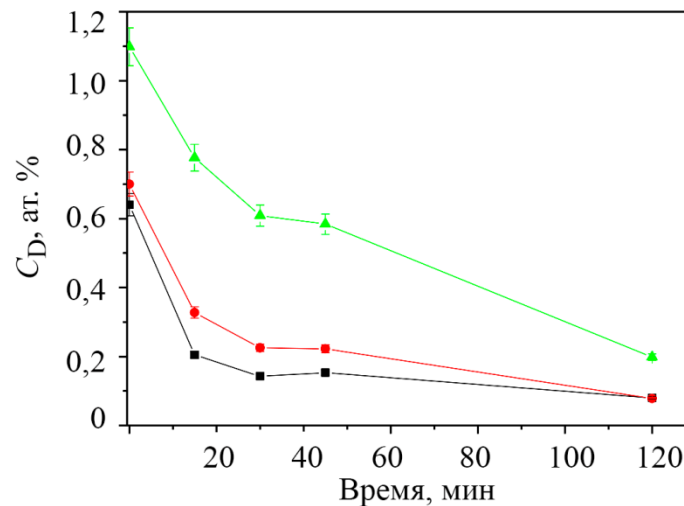


Рис. 2. Зависимость концентрации дейтерия в нанопорошках YSZ10 от времени отжига на воздухе при 350 °С: зеленый – $S = 171 \text{ м}^2/\text{г}$; красный – $S = 83 \text{ м}^2/\text{г}$; черный – $S = 41 \text{ м}^2/\text{г}$

Данные на рис. 2 для 350 °С имеют простое объяснение, их можно считать тривиальными. Наблюдаемое в экспериментах уменьшение концентрации дейтерия при увеличении времени отжига обусловлено поступлением кислорода в нанопорошки из воздуха, следствием чего было уменьшение дефицита кислорода и концентрации дефектов в наночастицах. Не вызывает сомнений, что при $T > 350 \text{ °С}$ будут иметь место аналогичные закономерности, и при возрастании температуры отжига скорость уменьшения концентрации дейтерия будет увеличиваться.

При температуре отжига 200 °С результаты кардинально отличаются от таковых для 350 °С. Из рис. 3 видно существование двух механизмов влияния отжигов на дефектную структуру наночастиц. Это нашло свое выражение в экстремальных зависимостях концентрации дейтерия от времени отжига образцов на воздухе. Эффект был зарегистрирован для нанопорошков с удельными поверхностями 83 и 171 $\text{м}^2/\text{г}$, он не проявил себя для порошка с наименьшей удельной поверхностью 41 $\text{м}^2/\text{г}$, для которого концентрации дейтерия были

наименьшими среди всех порошков. Таким образом, можно констатировать, что при временах отжига менее 40 мин доминировал механизм изменения дефектной структуры, при котором наружный атомный слой наночастиц покидали атомы кислорода, т. е. формировалась термодинамически равновесная структура. Более того, этот механизм не был доминирующим при более продолжительных отжигах. Сопоставление результатов на рис. 2 и 3 показывает, что поведение порошков во время отжигов при 200 и 350 °C отличается очень сильно. При 350 °C уменьшение концентрации дейтерия в порошках с удельной поверхностью 171 м²/г за 2 ч отжига составило около 5 раз, а при 200 °C для этого же порошка наблюдалось даже небольшое увеличение этого параметра примерно на 15 %.

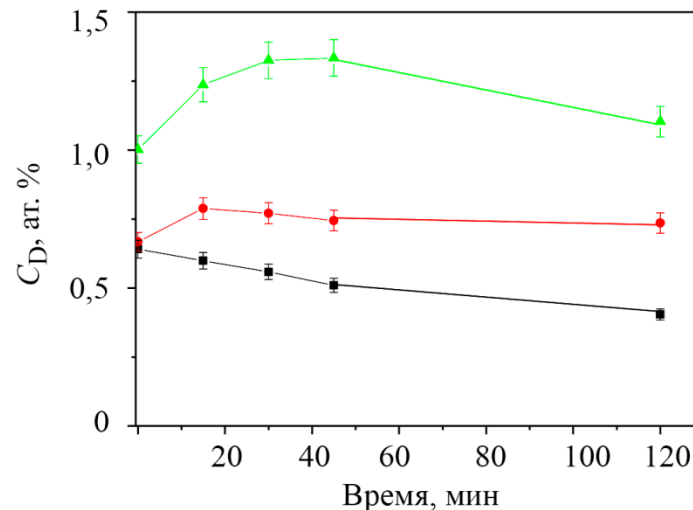


Рис. 3. Зависимость концентрации дейтерия в нанопорошках YSZ10 от времени отжига на воздухе при 200 °C: зеленый – $S = 171 \text{ м}^2/\text{г}$; красный – $S = 83 \text{ м}^2/\text{г}$; черный – $S = 41 \text{ м}^2/\text{г}$

Как уже отмечалось, в работе [12] было показано, что вблизи температуры плавления термодинамически равновесной является структура наночастиц YSZ10, при которой в ее наружном атомном слое отсутствуют атомы кислорода. Из данных, полученных в работе, следует, что это относится также к температурам ниже 200 °C, однако равновесные структуры не были сформированы по кинетическим причинам, а именно из-за поступления кислорода из окружающей атмосферы в наночастицы при их охлаждении. Эти результаты дают основание предложить следующий подход к получению наночастиц с термодинамически равновесным дефицитом кислорода в наружном атомном слое: проводить охлаждение наночастиц до комнатной температуры без их контакта с кислородом, например в вакууме или в атмосфере нейтральных газов. Этот вопрос нуждается в дальнейших исследованиях.

4. Заключение

Таким образом, в работе установлено, что нанопорошки оксида YSZ10, синтезированные лазерным испарением керамической мишени и подвергнутые отжигам на воздухе при 200 и 350 °C в течение разного времени, характеризуются существенно отличающимися зависимостями растворимости дейтерия от времени отжига на воздухе. При температуре отжига 350 °C концентрация дейтерия монотонно уменьшалась при увеличении времени отжига. Для отжигов при 200 °C зависимость растворимости дейтерия от времени отжига на воздухе была экстремальной с максимумом вблизи 40 мин. Эти результаты получены при применении метода дейтериевых зондов и означают, что вблизи комнатной температуры термодина-

мически равновесным является состояние наночастиц YSZ10 с отсутствием атомов кислорода в наружном атомном слое, а при повышенных температурах и наличии в окружающей атмосфере кислорода реализуются состояния, отличные от равновесного. На основе полученных в работе данных предложен подход для синтеза при комнатной температуре оксидных наночастиц с термодинамически равновесным дефицитом кислорода в наружном атомном слое. Он состоит в охлаждении порошков после высокотемпературного синтеза без их контакта с кислородосодержащей атмосферой.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Функция», № 122021000035-6).

Литература

1. Detailed XPS analysis and anomalous variation of chemical state for Mn- and V-doped TiO₂ coated on magnetic particles / Z. Chen, Y. S. Zhao, J. Q. Ma, C. Liu, Y. Ma // *Ceramics International*. – 2017. – Vol. 43, iss. 1. – P. 16763–16772. – DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.09.071.
2. Salazar Cuaila J. L., Alayo W., Avellaneda C. O. Ferromagnetism in spin-coated cobalt-doped TiO₂ thin films and the role of crystalline phases // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 2017. – Vol. 442. – P. 212–217. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2017.06.122.
3. Defects related room temperature ferromagnetism in Cu-implanted ZnO nanorod arrays / D. Li, D. K. Li, H. Z. Wu, F. Liang, W. Xie, C. W. Zou, L. X. Shao // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2014. – Vol. 591. – P. 80–84. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.11.205.
4. Kamat P. V. TiO₂ nanostructures: recent physical chemistry advances // *The Journal of Physical Chemistry C*. – 2012. – Vol. 116. – P. 11849–11851. – DOI: 10.1021/jp305026h.
5. Jraba A., Anna Z., Elaloui E. Effects of Sr²⁺, Fe³⁺ and Al³⁺ doping on the properties of TiO₂ prepared using the sol-gel method // *Comptes Rendus Chimie*. – 2019. – Vol. 22. – P. 648–658. – DOI: 10.1016/j.crci.2019.10.003.
6. Laser-synthesized Ce³⁺ and Pr³⁺ doped Y₂O₃ nanoparticles and their characteristics / I. Krutikova, M. Ivanov, A. Murzakaev, K. Nefedova // *Materials Letters*. – 2020. – Vol. 265. – P. 127435. – DOI: 10.1016/j.matlet.2020.127435.
7. Ghosh S., Nambissan P. M. G. Evidence of oxygen and Ti vacancy induced ferromagnetism in post-annealed undoped anatase TiO₂ nanocrystals: a spectroscopic analysis // *Journal of Solid State Chemistry*. – 2019. – Vol. 275. – P. 174–180. – DOI: 10.1016/j.jssc.2019.04.010.
8. Oxygen vacancies: the (in)visible friend of oxide electronics / F. Gunkel, D. V. Christensen, Y. Z. Chen, N. Pryds // *Applied Physics Letters*. – 2020. – Vol. 116. – P. 120505. – DOI: 10.1063/1.5143309.
9. Characterization of YSZ ceramic nanopowders synthesized at different temperatures via polyacrylamide gel method / T. Liu, W. Chen, H. Ju, S. Yan, W. Ma // *J. Wuhan Univ. Technol.-Mat. Sci. Edit.* – 2020. – Vol. 35. – P. 528–534. – DOI: 10.1007/s11595-020-2289-2.
10. Vykhodets V. B., Kurennykh T. E. Characterization of defect structure of oxide nanoparticles with the use of deuterium probes // *RSC Advances*. – 2020. – Vol. 10. – P. 3837–3843. – DOI: 10.1039/C9RA05451K.
11. Jarvis E. A. A., Carter E. A. Metallic character of the Al₂O₃(0001)-(√31×√31)R±9° surface reconstruction // *The Journal of Physical Chemistry B*. – 2001. – Vol. 105. – P. 4045–4052. – DOI: 10.1021/jp003587c.
12. Inhomogeneous depletion of oxygen ions in oxide nanoparticles / V. B. Vykhodets, E. A. A. Jarvis, T. E. Kurennykh., I. V. Beketov S. I. Obukhov, O. M. Samatov, A. I. Medvedev, A. E. Davletshin, T. Whyte // *Surface Science*. – 2016. – Vol. 644. – P.141–147. – DOI: 10.1016/j.susc.2015.10.011.

13. Brunauer S., Emmett P., Teller E. Absorption of gases in multimolecular layers // Journal of the American Chemical Society. – 1938. – Vol. 60 (2). – P. 309–319. – DOI: 10.1021/JA01269A023.
14. Application of the nuclear reaction analysis online technique to study the diffusion of deuterium in metals / V. B. Vykhodets, O. A. Nefedova, S. I. Obukhov, T. E. Kurennykh, S. E. Danilov, E. V. Vykhodets // JETP Letters. – 2018. – Vol. 107. – P. 211–215. – DOI: 10.1134/S0021364018040148.

Received: 28.10.2023

Revised: 04.12.2023



Accepted: 29.12.2023


DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.035-044

THE BAIN AND ORTHORHOMBIC PATHS OF THE BCC–FCC TRANSFORMATION IN A BCC METAL

A. R. Kuznetsov^{a),*} and S. A. Starikov^{b)}

*M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620990, Russia*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-4490-0727>  a_kuznetsov@imp.uran.ru;

^{b)}  1.618034sergey@gmail.com

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

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620990, Russia

Tel.: +7 (343) 374-4214; Fax: +7 (343) 374-5244

The energy of the Bain and orthorhombic paths in niobium and the instability of phonons during uniaxial deformation along $\langle 001 \rangle$ are studied with the application of the ab initio method. The orthorhombic transformation path is refined with regard to its symmetry. The calculation of the phonon spectrum in the entire irreducible Brillouin zone depending on deformation makes it possible to find the softest branches of the phonon spectrum responsible for the loss of stability of the structure. The nature of the loss of stability is revealed, and the strain at which stability is lost both in tension and compression is evaluated. Possible mechanisms determining the stability of the structure and theoretical strength of niobium are discussed. The results obtained can relate to experimental situations when small defect-free regions are deformed, for example, in nanostructured materials, when surface layers are modified by modern methods of plastic deformation, and during nanoindentation.

Keywords: first-principles calculation, Bain and orthorhombic paths, phonon spectrum, structure stability

Acknowledgment

The work was performed under the state assignment from the Ministry of Science and Higher Education of Russia, theme Structure, No. 122021000033-2. The Uran supercomputer, IMM UB RAS, was used for the calculations.

References

1. Bain, E.C. The Nature of Martensite. *Trans. AIME*, 1924, 70, 25–35.
2. Okatov, S.V., Kuznetsov, A.R., Gornostyrev, Yu.N., Urtsev, V.N., and Katsnelson, M.I. Effect of magnetic state on the α - γ transition in iron: first-principles calculations of the Bain transformation path. *Physical Review B*, 2009, 79 (9), 094111–094115. DOI: 10.1103/RevModPhys.84.945.
3. Grimvall, G., Magyari-Köpe, B., Ozoliņš, V., and Persson, K.A. Lattice instabilities in metallic. *Review of Modern Physics*, 2012, 84 (3), 945–986. DOI: 10.1103/PhysRevB.79.094111.
4. Kuznetsov, A.R., Starikov, S.A., and Sagaradze, V.V. Phonon instabilities in a metal on the Bain fcc-bcc transformation path. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2022, 6, 86–94. DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.086-094. Available at: http://dream-journal.org/issues/2022-6/2022-6_385.html

5. Clatterbuck, D.M., Krenn, C.R., Cohen, M.L., Morris Jr., J.W. Phonon instabilities and the ideal strength of aluminum. *Physical Review Letters*, 2003, 91 (13), 135501–135504. DOI: 10.1103/PhysRevLett.91.135501.
6. Pokluda J., Cern M., Sandera P., and Sob, M. Calculations of theoretical strength: state of the art and history. *Journal of Computer-Aided Materials Design*, 2004, 11, 1–28. DOI: 10.1007/s10820-004-4567-2.
7. Pokluda, J., Černý, M., Šob, M., Umeno, Y. Ab initio calculations of mechanical properties: methods and applications. *Progress in Materials Science*, 2015, 73, 127–158. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2015.04001.
8. Li, J., Yip, S. Atomistic measures of materials strength. *CMES-Computer Modeling in Engineering and Sciences*, 2002, 3, 219. DOI: 10.3970/cmcs.2002.003.219.
9. Luo, W., Roundy, D., Cohen, M.L., and Morris Jr., J.W. Ideal strength of bcc molybdenum and niobium. *Physical Review B*, 2002, 66 (9), 094110W. DOI: 10.1103/PhysRevB.66.094110.
10. Černý, M. and Pokluda, J. Influence of superimposed biaxial stress on the tensile strength of perfect crystals from first principles. *Physical Review B*, 2007, 76 (2), 024115. DOI: 10.1103/PhysRevB.76.024115.
11. Nagasako, N., Jahnátek, M., Asahi, R., and Hafner, J. Anomalies in the response of V, Nb, and Ta to tensile and shear loading: ab initio density functional theory calculations. *Physical Review B*, 2010, 81 (9), 094108. DOI: 10.1103/PhysRevB.81.094108.
12. Wang, Yi.X., Geng, H.Y., Wu, Q., Chen, X.R., and Sun, Y. First-principles investigation of elastic anomalies in niobium at high pressure and temperature. *Journal of Applied Physics*, 2017, 122 (23), 235903. DOI: 10.1063/1.5006396.
13. Landa, A., Söderlind, P., Naumov, I.I., Klepeis, J.E., and Vitos, L. Kohn Anomaly and phase stability in group VB transition metals. *Computation*, 2018, 6, 29. DOI: 10.3390/computation6020029.
14. Gouldstone, A., Koh, H.-J., Zeng, K.Y., Giannakopoulos, A.E., and Suresh, S. Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films. *Acta Materialia*, 2000, 48 (9), 2277–2295. DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00009-4.
15. De la Fuente, O.R., Zimmerman, J.A., Gonzales, M.A., De la Figuera, J., Hamilton, J.C., Pai, W.W., and Rojo, J.M. Dislocation emission around nanoindentations on a (001) fcc metal surface studied by scanning tunneling microscopy and atomic simulation. *Physical Review Letters*, 2002, 88 (3), 036101–036104. DOI: 10.1103/PhysRevLett.88.036101.
16. Chang, L.L. and Plog, K., eds. *Molecular Beam Epitaxy and Heterostructures*, Martinus Nijhoff Publishers, Dordrecht 1985, 1985, 700 p. DOI: 10.1007/978-94-009-5073-3.
17. Kimminau, G., Erhart, P., Bringa, E.M., Remington, B., and Wark, J.S. Phonon instabilities in uniaxially compressed fcc metals as seen in molecular dynamics simulations. *Physical Review B*, 2010, 81, 092102. DOI: 10.1103/PhysRevB.81.092102.
18. Available at: arXiv:cond-mat/0504077 [cond-mat.supr-con]
19. Hellwege, K.-H. and Madelung, O., eds. *Phonon States of Elements. Electron States and Fermi Surfaces of Alloys*, Landolt-Börnstein, New Series, Group III, 13, Pt. a., Berlin, SpringerVerlag, 1981.
20. Koči, L., Ma, Y., Oganov, A. R., Souvatzis, P., and Ahuja, R. Elasticity of the superconducting metals V, Nb, Ta, Mo, and W at high pressure. *Physical Review B*, 2008, 77 (21), 214101. DOI: 10.1103/PhysRevB.77.214101.
21. Söderlind, P., Eriksson, O., Wills, J.M, and Boring, A.M. Theory of elastic constants of cubic transition metals and alloys. *Physical Review B*, 1993, vol. 48, 5844.
22. Landolt-Börnstein: *Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology*, New Series, ed. by O. Madelung, Group III: Crystal and Solid State Physics, vol. 14: Structure Data of Elements and Intermetallic Phases, Springer Verlag, Berlin, 1988.

23. Katahara, K.W., Manghnani, M.H., and Fisher, E. Elastic moduli of paramagnetic chromium and Ti–V–Cr alloys. *Journal of Physics F: Metal Physics*, 1979, 9, 773. DOI: 10.1088/0305-4608/9/11/008.
24. James, A.M. and Lord, M.P. *Macmillan's Chemical and Physical Data*, Macmillan, London, UK, 1992.

Подана в журнал: 28.10.2023



УДК 538.913:534-16


DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.035-044

БЕЙНОВСКИЙ И ОРТОРОМБИЧЕСКИЙ ПУТИ ОЦК-ГЦК ПРЕВРАЩЕНИЯ В ОЦК-МЕТАЛЛЕ

А. Р. Кузнецов^{a)}, * , С. А. Стариков^{b)}

*Институт физики металлов имени М. Н. Михеева УрО РАН,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620990, Россия*

a)  <https://orcid.org/0000-0002-4490-0727>  a_kuznetsov@imp.uran.ru;

b)  1.618034sergey@gmail.com

*Ответственный автор. Электронная почта: a_kuznetsov@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, 620990, Екатеринбург, Россия
Телефон: +7 (343) 374-42-14; факс: +7 (343) 374-52-44

В работе *ab initio* методом изучена энергетика бейновского и орторомбического путей в ниобии и нестабильности фононов в ходе одноосной деформации вдоль $\langle 001 \rangle$. Уточнен орторомбический путь превращения с учетом его симметрии. Расчет фононного спектра во всей неприводимой зоне Бриллюэна в зависимости от деформации позволил найти наиболее мягкие ветви фононного спектра, ответственные за потерю устойчивости структуры. Выявлен характер потери устойчивости, а также оценена величина деформации, при которой теряется устойчивость как при растяжении, так и при сжатии. Обсуждаются возможные механизмы, определяющие устойчивость структуры и теоретическую прочность ниобия. Полученные результаты могут относиться к ситуациям в эксперименте, когда деформируются малые свободные от дефектов области, например, в наноструктурированных материалах, при модифицировании поверхностных слоев современными методами пластического деформирования, при наноиндентировании.

Ключевые слова: первопринципный расчет, бейновский и орторомбический пути, фононный спектр, стабильность структуры

1. Введение

Бейновский путь (БП) превращения «объемноцентрированный кубический – границентрированный кубический кристалл» (ОЦК-ГЦК) в ОЦК-металле (тетрагональная деформация вдоль оси $\langle 001 \rangle$) позволяет найти энергетiku превращения, а также определить стабильность кристаллической структуры [1–4]. Идеальная (теоретическая) прочность (ТП) материала характеризуется напряжением, при котором совершенный кристалл становится механически нестабильным [5–7], и определяет верхнюю границу напряжения, которое материал может выдержать не разрушаясь. Стабильность структуры требует, чтобы энергии фононов были положительны для всех волновых векторов в зоне Бриллюэна [8]. Амплитуда понижающего энергию кристалла фонона будет расти до тех пор, пока структура не перейдет в новое стабильное состояние. Для такого важного в научном и прикладном аспектах ОЦК-металла, как ниобий, превращения структуры при деформации и идеальная прочность которого *ab initio* методами изучались в ряде работ [7, 9–13], ситуация усложняется тем, что при строго одноосной нагрузке вдоль оси $\langle 001 \rangle$ происходит бифуркация на траекторию орторомбического пути (ОРП) [9, 11].

ТП относится к ситуациям в эксперименте, когда деформируются малые свободные от дефектов области, например, в наноструктурированных материалах, при модифицировании поверхностных слоев современными методами пластического деформирования, при наноин-

дентирования. Так, ТП играет решающую роль в фундаментальной теории разрушения. Она контролирует как начало разрушения, так и зарождение дислокаций в свободных от дефектов тонких пленках, а также в наноструктурированных материалах. Это подтверждено, в частности, в экспериментах и расчетах наноиндентирования [7, 14, 15], в которых показано, что начало текучести на наноуровне контролируется гомогенным зарождением дислокаций в малом свободном от дислокаций объеме под наноиндентором, где напряжения достигают ТП. Возможна также псевдоморфная эпитаксия фазы с большой тетрагональной деформацией на субстратах, сохраняющих тетрагональную структуру [3, 16].

Расчеты на основе теории функционала плотности, используемые в настоящей работе, не содержат подгоночных параметров, действительны при всех деформациях и в принципе позволяют количественно определить устойчивость структуры при деформации и идеальную прочность. *Ab initio* расчеты электронной структуры позволяют изучать фазы с любой кристаллической структурой, что существенно расширяет возможности исследования. Проблема нестабильности фононов при деформации рассмотрена в ряде обзоров [3, 6, 7]. В [4, 5] показано, что нестабильности фононов возникают в *ab initio* расчетах алюминия при одноосном растяжении и сдвиге; также показано, что для данного простого металла и данного типа деформации ТП ограничена нестабильностью коротковолновых фононов. Для этого необходимо было провести уточненные расчеты фононного спектра в зависимости от деформации во всей неприводимой зоне Бриллюэна. В [17] приведены результаты для меди, полученные методом классической молекулярной динамики. Авторы этой работы показали, что генерация дефектов при низкой температуре и одноосном сжатии может быть описана в терминах мягких нестабильных фононных мод. Подчеркивается важность расчета фононного спектра во всей неприводимой зоне Бриллюэна (без интерполяции) для правильной оценки устойчивости структуры при деформации.

2. Постановка задачи и методы решения

В данной статье *ab initio* методом изучена энергетика БП и ОРП при одноосной деформации вдоль оси $\langle 001 \rangle$ (с релаксацией объема) ОЦК-металла (ниобия). Также рассчитаны фононные спектры во всей неприводимой зоне Бриллюэна при различной величине данной деформации для анализа устойчивости структуры.

Первопринципные расчеты упругих постоянных и фононных спектров ниобия проведены с использованием пакета программ для расчета электронной структуры псевдопотенциальным методом плоских волн и моделирования материалов Quantum ESPRESSO (<https://www.quantum-espresso.org>). Использован опробованный в работе [18] ультрамягкий псевдопотенциал из данного пакета (Nb.lda.v1.uspp.F.UPF). Фононные частоты рассчитаны с использованием теории возмущений функционала плотности. Фононные частоты как функция деформации рассчитаны (без интерполяции) с использованием $16 \times 16 \times 16$ Monkhorst-Pack сетки q -точек для получения частот с высокой точностью (следующим работам [4, 5]).

3. Результаты и их обсуждение

В таблице приведены результаты реперных расчетов, использованных для проверки качества псевдопотенциала. Видно, что псевдопотенциал удовлетворительно описывает эксперимент с точностью, характерной для расчетов в рамках теории функционала плотности. Более детальный анализ особенностей расчета упругих модулей ниобия с использованием данного потенциала приведен в работе [18]. Низкие значения модуля c_{44} в теоретических расчетах обсуждаются в работе [11]. Фононные спектры ОЦК-Nb при нормальном давлении также приведены в [18] и удовлетворительно описывают эксперимент [19]. Нами получены аналогичные фононные спектры ОЦК-Nb.

Таблица

Результаты реперных расчетов параметра решетки a_0 и модулей упругости c' , c_{44} , B

	Данная работа	Предыдущие расчеты	Эксперимент
a_0 , Å	3,24	3,25 [18] 3,4 [11]	3,30 [22]
c' , ГПа	63	55 [11] 55 [20] 60 [21]	57 [23]
c_{44} , ГПа	17	17 [11] 10 [20] 27 [21]	29 [23]
B , ГПа	192	192 [18]	170 [24]

Реакция ниобия на одноосную нагрузку растяжения вдоль оси $\langle 001 \rangle$ подробно рассмотрена в работе [11], где также приведена схема образующихся структур вдоль БП и ОРП. Симметрия кристалла и особенности ОЦК-переходных металлов приводят к тому, что вдоль бейновского (тетрагонального) пути наблюдаются три свободных от напряжения состояния в следующей последовательности: ОЦК, ГЦК, ОЦТ (объемноцентрированный тетрагональный кристалл). При этом при строго одноосной нагрузке возможна бифуркация на орторомбический путь. В этом случае указанная выше последовательность такова: ОЦК, ОЦТ, ОЦК.

На рис. 1 приведена схема БП при одноосной нагрузке вдоль $\langle 001 \rangle$. Структуры вдоль БП описываются в системе отсчета ОЦТ-решетки. Видно, что последовательность состояний при растяжении меняется от ОЦК ($c/a = 1$) через ГЦК ($c/a = \sqrt{2}$) до ОЦТ ($c/a = 1,8$), где a , c – параметры тетрагональной решетки. На отрезках бейновского пути на пике слева и справа от ГЦК-состояния ($c/a = \sqrt{2}$) структуры внутренне нестабильны по отношению к тетрагональной деформации и определяют деформированные состояния, которые могут быть получены путем псевдоморфной эпитаксии фазы на субстратах, сохраняющих тетрагональную структуру. Полученные результаты удовлетворительно совпадают с результатами ab initio расчетов в работе [11].

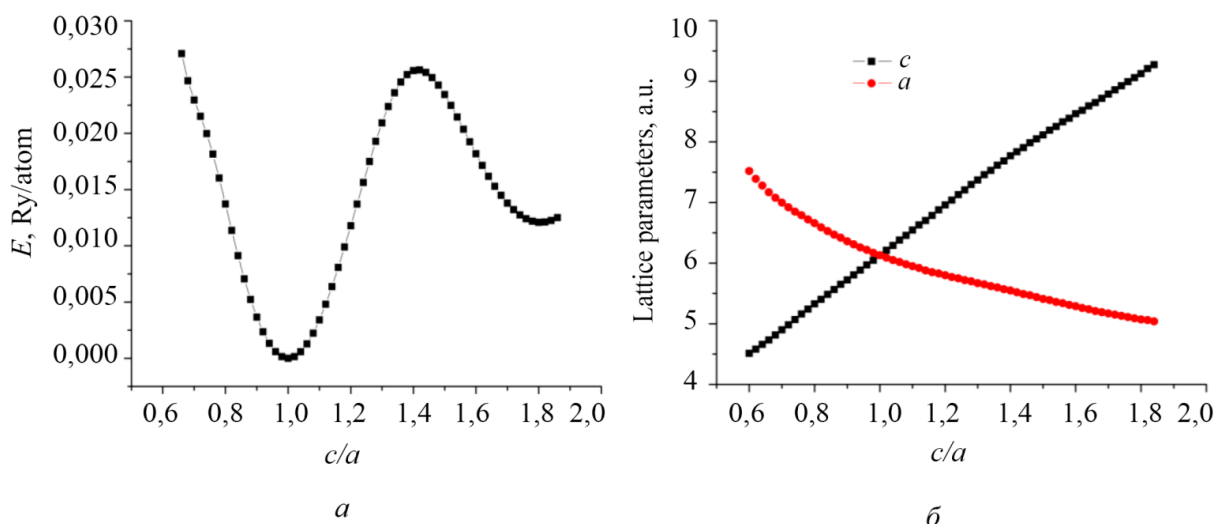


Рис. 1. Изменение полной энергии, приходящейся на атом, и параметров решетки a , c в зависимости от величины бейновской (тетрагональной) деформации c/a .

Структуры вдоль БП описываются в системе отсчета ОЦТ-решетки

На рис. 2 показаны зависимости полной энергии для БП и ОРП и параметров решетки для ОРП в системе отсчета ГЦТ-решетки от величины c/a , характеризующей деформацию (в скобках указаны названия структур в системе отсчета ОЦТ-решетки, подробнее см. рис. 2 в [11]). На рис. 2 а видно, что ОРП является энергетически более выгодным, особенно при заметном отклонении от величины $c/a = \sqrt{2} = 1,414$, соответствующей ОЦК-фазе.

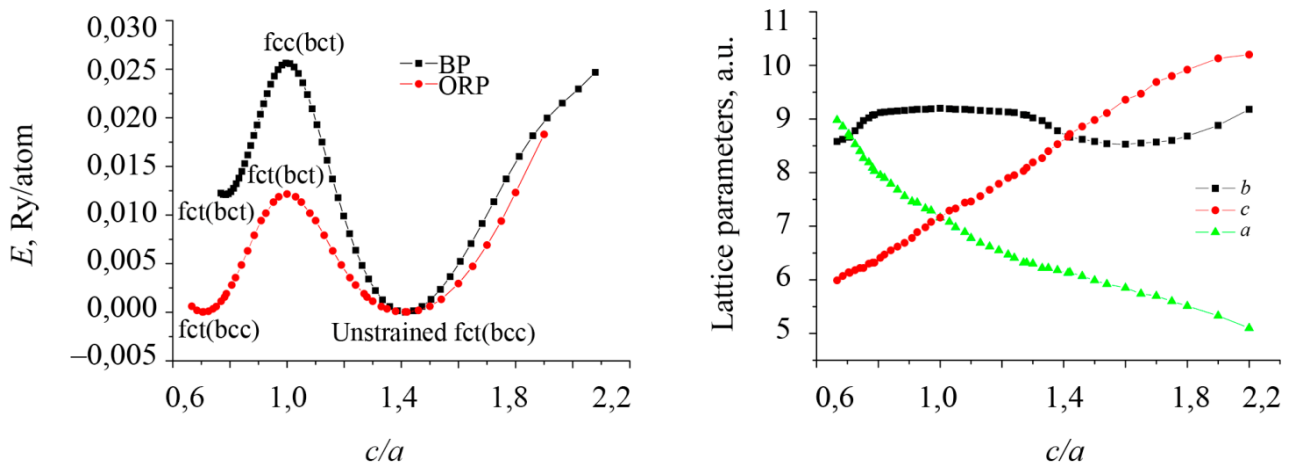


Рис. 2. Бейновский (тетрагональный) и орторомбический пути. Структуры вдоль обоих путей описываются в системе отсчета ГЦТ-решетки, и их названия указаны на графиках зависимости полной энергии (в скобках указаны названия структур в системе отсчета ОЦТ-решетки): зависимость полной энергии (а); зависимость параметров решетки (б)

Ранее было показано [9], что ОЦК-фаза, соответствующая $c/a = 1/\sqrt{2} = 0,707$ на ОРП и возникающая при данной одноосной деформации (растяжение вдоль оси a_{ORP}), эквивалентна ОЦК-фазе при $c/a = \sqrt{2}$, но при этом ось a , вдоль которой происходит растяжение кристаллита, становится равной оси c в исходном состоянии Unstrained fct(bcc), а ось c , которая сокращается, становится равной оси a в исходном состоянии Unstrained fct(bcc). Таким образом, получается, что отрезки графиков (для ОРП) при $c/a = 1 \dots \sqrt{2}$ и $1 \dots 1/\sqrt{2}$ на рис. 2 обладали бы строгой зеркальной симметрией относительно вертикальной прямой $c/a = 1$, если отрезки графиков при $c/a = 1 \dots 1/\sqrt{2}$ построить, взяв отношение a/c (т. е. по оси X отложить величины от 1,414 до 1 и далее от 1 до 1,414). Это происходит из-за того, что в силу симметрии процесс деформации на данных участках совпадает. В данном случае на рис. 2 на всем протяжении оси X отложена величина c/a , для того чтобы показать величину одноосной деформации, поэтому отрезки графиков на рис. 2 при $c/a = 1 \dots \sqrt{2}$ и $1 \dots 1/\sqrt{2}$ получаются не совсем зеркально симметричными относительно вертикальной прямой $c/a = 1$. Следует отметить, что указанная зеркальная симметрия ОРП ниобия (как и других металлов группы VB: V, Ta) не была замечена ранее [11], что привело к получению некоторых метастабильных состояний при расчете структуры при $c/a = 1 \dots 1/\sqrt{2}$.

На рис. 3 приведены ветви фононного спектра в зависимости от величины c/a (для одноосной нагрузки сжатия вдоль оси $\langle 001 \rangle$) вдоль направления волнового вектора $\langle x00 \rangle$ и вдоль вектора $\langle x0x \rangle$ (для одноосной нагрузки растяжения вдоль $\langle 001 \rangle$).

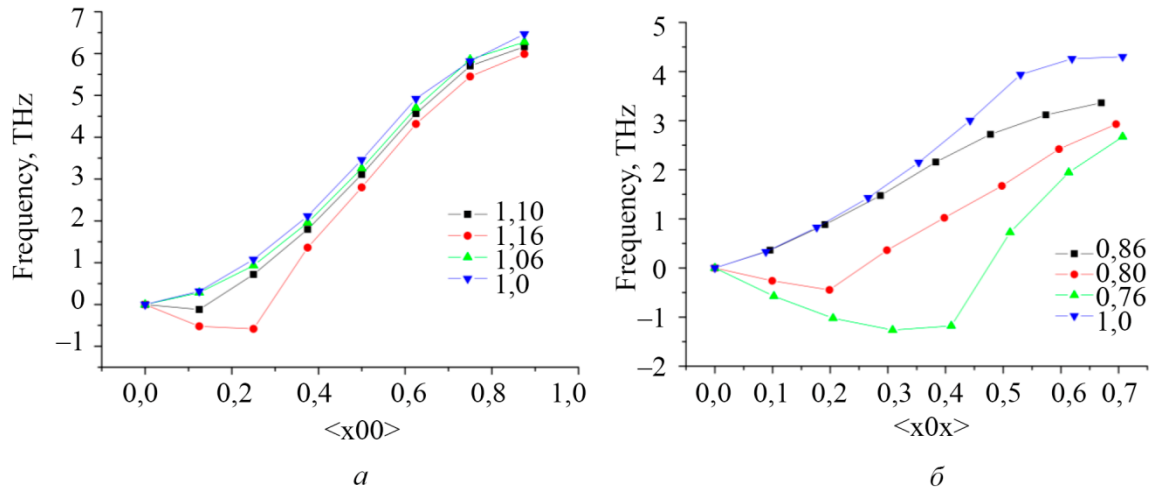


Рис. 3. Фононные частоты для БП (описывается в системе отсчета ОЦТ-решетки, см. рис. 1): вдоль направления $\langle x00 \rangle$ (а); $\langle x0x \rangle$ (б). Указаны величины c/a .

Эти ветви фононного спектра соответствуют поперечной поляризации, а результат анализа фононных спектров вдоль различных направлений во всей неприводимой зоне Бриллюэна вдоль БП показал, что фононы вдоль данных направлений размягчаются при указанных нагрузках в первую очередь. При $c/a = 1,06...1,10$ (инженерная деформация $e = 0,06...0,1$) для ветви $\langle x00 \rangle$ и при $c/a = 0,86...0,80$ ($|e| = 0,14...0,2$) для ветви $\langle x0x \rangle$ наблюдается упругая потеря устойчивости структуры. При этом частоты соответствующих фононов становятся мнимыми (на графике отображаются как отрицательные). Полученный результат для деформации, соответствующей упругой потере устойчивости структуры при растяжении, согласуется с результатами, полученными ранее *ab initio* методами для аналогичной деформации ниобия в работах [9, 11].

На рис. 2 а видно, что БП и ОРП при $c/a = \sqrt{2}$ (ОЦК-структура) близки при деформации $e \sim 0,1$. Можно предположить, что полученные результаты по потере устойчивости ОЦК-структуры при данной одноосной нагрузке будут приблизительно справедливы и для ОРП. Уточнение этого вопроса требует расчета фононного спектра во всей неприводимой зоне Бриллюэна по ходу ОРП, что является отдельной задачей.

Упругие и фононные аномалии в ниобии и других металлах группы VB (V, Ta), в основном под давлением, широко обсуждались в связи с электронными свойствами, и было показано, что они связаны со свойствами поверхности Ферми [13, 22]. В частности, мягкая поперечная фононная ветвь вдоль [100] и необычная мягкость c_{44} , как было показано в работе [22], может возникать из-за электронного топологического перехода, в процессе которого развивается шейка на поверхности Ферми вдоль направления $\Gamma-N$. Также имеются данные о влиянии нестинга поверхности Ферми на изменение упругих свойств и стабильности структуры данной группы металлов под давлением [13]. В случае одноосной деформации ниобия эти вопросы требуют дополнительного изучения.

4. Заключение

Ab initio методом изучена энергетика бейновского и орторомбического путей превращения структуры при одноосной деформации ОЦК-металла (ниобия). Уточнен орторомбический путь превращения с учетом его симметрии. Рассчитан фононный спектр во всей неприводимой зоне Бриллюэна в зависимости от деформации для БП. Показано, что при $c/a = 1,06...1,10$ (инженерная деформация $e = 0,06...0,1$) для ветви $\langle x00 \rangle$ и при $c/a = 0,86...0,80$ ($|e| = 0,14...0,2$) для ветви $\langle x0x \rangle$ (эти ветви оказались наиболее мягкими) наблюдается упругая потеря устойчивости структуры. При этом частоты соответствующих фононов становятся мнимыми. Отмечены наиболее вероятные механизмы (электронный

топологический переход, нестинг поверхности Ферми), связанные с электронной структурой ниобия и определяющие устойчивость его структуры при деформации и теоретическую прочность.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России по теме «Структура» № 122021000033-2. Расчеты проведены с использованием суперкомпьютера «Уран» ИММ УрО РАН.

Литература

1. Bain E. C. The Nature of Martensite // Trans. AIME. – 1924. – Vol. 70. – P. 25–35.
2. Effect of magnetic state on the α - γ transition in iron: first-principles calculations of the Bain transformation path / S. V. Okatov, A. R. Kuznetsov, Yu. N. Gornostyrev, V. N. Urtsev, M. I. Katsnelson // Physical Review B. – 2009. – Vol. 79, No. 9. – P. 094111–094115. – DOI: 10.1103/RevModPhys.84.945.
3. Lattice instabilities in metallic elements / G. Grimvall, B. Magyari-Köpe, V. Ozoliņš, K. A. Persson // Review of Modern Physics. – 2012. – Vol. 84, No. 3. – P. 945–986. – DOI: 10.1103/PhysRevB.79.094111.
4. Kuznetsov A. R., Starikov S. A., Sagaradze V. V. Phonon instabilities in a metal on the Bain fcc–bcc transformation path // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2022. – Iss. 6. – P. 86–94. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.086-094. – URL: http://dream-journal.org/issues/2022-6/2022-6_385.html
5. Phonon Instabilities and the ideal strength of aluminum / D. M. Clatterbuck, C. R. Krenn, Marvin L. Cohen, J. W. Morris Jr. // Physical Review Letters. – 2003. – Vol. 91, No. 13. – P. 135501–135504. – DOI: 10.1103/PhysRevLett.91.135501.
6. Calculations of theoretical strength: state of the art and history / J. Pokluda, M. Cern, P. Sandera, M. Sob // Journal of Computer-Aided Materials Design. – 2004. – Vol. 11. – P. 1–28. – DOI: 10.1007/s10820-004-4567-2.
7. Ab initio calculations of mechanical properties: methods and applications / J. Pokluda, M. Černý, M. Sob, Y. Umeno // Progress in Materials Science. – 2015. – Vol. 73. – P. 127–158. – DOI: 10.1016/j.pmatsci.2015.04001.
8. Li Ju, Yip S. Atomistic measures of materials strength // CMES-Computer Modeling in Engineering and Sciences. – 2002. – Vol. 3. – P. 219. – DOI: 10.3970/cmcs.2002.003.219.
9. Ideal strength of bcc molybdenum and niobium / W. Luo, D. Roundy, M. L. Cohen, J. W. Morris Jr. // Physical Review B. – 2002. – Vol. 66, iss. 9. – P. 094110. – DOI: 10.1103/PhysRevB.66.094110.
10. Černý M., Pokluda J. Influence of superimposed biaxial stress on the tensile strength of perfect crystals from first principles // Physical Review B. – 2007. – Vol. 76, iss. 2. – P. 024115. – DOI: 10.1103/PhysRevB.76.024115.
11. Anomalies in the response of V, Nb, and Ta to tensile and shear loading: ab initio density functional theory calculations / N. Nagasako, M. Jahnátek, R. Asahi, J. Hafner // Phys. Rev. B. – 2010. – Vol. 81, iss. 9. – P. 094108. – DOI: 10.1103/PhysRevB.81.094108.
12. First-principles investigation of elastic anomalies in niobium at high pressure and temperature / Y. X. Wang, H. Y. Geng, Q. Wu, X. R. Chen, Y. Sun // Journal of Applied Physics. – 2017. – Vol. 122, iss. 23. – P. 235903. – DOI: 10.1063/1.5006396.
13. Kohn anomaly and phase stability in group VB transition metals / A. Landa, P. Söderlind, I. I. Naumov, J. E. Klepeis, L. Vitos // Computation. – 2018. – Vol. 6 (29). – P. 1–19. – DOI: 10.3390/computation6020029.

14. Discrete and continuous deformation during nanoindentation of thin films / A. Gouldstone, H. J. Koh, K. Y. Zeng, A. E. Giannakopoulos, S. Suresh // *Acta Materialia*. – 2000. – Vol. 48, No. 9. – P. 2277–2295. – DOI: 10.1016/S1359-6454(00)00009-4.
15. Dislocation emission around nanoindentations on a (001) fcc metal surface studied by scanning tunneling microscopy and atomic simulation / O. R. de la Fuente, J. A. Zimmerman, M. A. Gonzales, J. de la Figuera, J. C. Hamilton, W. W. Pai, J. M. Rojo // *Physical Review Letters*. – 2002. – Vol. 88, No. 3. – P. 036101–036104. – DOI: 10.1103/PhysRevLett.88.036101.
16. Молекулярно-лучевая эпитаксия и гетероструктуры / под ред. Л. Ченга, К. Плога; пер. с англ. под ред. Ж. И. Алферова, Ю. В. Шмарцева. – Москва : Мир, 1989. – 582 с.
17. Phonon instabilities in uniaxially compressed fcc metals as seen in molecular dynamics simulations / G. Kimminau, P. Erhart, E. M. Bringa, B. Remington, J. S. Wark // *Physical Review B*. – 2010. – Vol. 81. – P. 092102. – DOI: 10.1103/PhysRevB.81.092102.
18. URL: [arXiv:cond-mat/0504077](https://arxiv.org/abs/cond-mat/0504077) [cond-mat.supr-con]
19. Phonon States of Elements. Electron States and Fermi Surfaces of Alloys / ed. by K.-H. Hellwege, O. Madelung. – Book series Landolt-Börnstein. – Vol. 3. – Berlin : SpringerVerlag, 1981.
20. Elasticity of the superconducting metals V, Nb, Ta, Mo, and W at high pressure / L. Koči, Y. Ma, A. R. Oganov, P. Souvatzis, R. Ahuja // *Physical Review B*. – 2008. – Vol. 77, iss. 21. – P. 214101. – DOI: 10.1103/PhysRevB.77.214101.
21. Theory of elastic constants of cubic transition metals and alloys / P. Söderlind, O. Eriksson, J. M. Wills, A. M. Boring // *Physical Review B*. – 1993. – Vol. 48. – P. 5844. – DOI: 10.1103/PhysRevB.48.5844.
22. Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology / ed. by O. Madelung. – Landolt-Börnstein New Series. – Group III : Crystal and Solid State Physics. – Vol. 14 : Structure Data of Elements and Intermetallic Phases. – Berlin : Springer Verlag, 1988.
23. Katahara K. W., Manghnani M. H., Fisher E. Elastic moduli of paramagnetic chromium and Ti-V-Cr alloys // *Journal of Physics F: Metal Physics*. – 1979. – Vol. 9 (11). – P. 773. – DOI: 10.1088/0305-4608/9/11/008.
24. James A. M., Lord M. P. *Macmillan's Chemical and Physical Data*. – London, UK : Macmillan, 1992.

Received: 28.10.2023

Revised: 04.12.2023

Accepted: 29.12.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.045-064

APPLICATION OF MICROINDENTATION TO THE EVALUATION OF STRAIN DISTRIBUTION OVER THE SECTION OF EXTRUDED ALUMINUM ALLOY BARS

V. P. Shveikin^{1, 2, a)}, I. S. Kamantsev^{1, b)}, N. B. Pugacheva^{1, 2, c)}, S. M. Zadvorkin^{1, d)},
E. I. Senaeva^{1, 2, e), *}, A. V. Razinkin^{3, f)}, T. V. Maltseva^{2, 3, g)}, N. A. Kalinina^{1, 3, h)}, T. M. Bykova^{1, 2, i)},
P. A. Skorynina^{1, j)}, and E. A. Putilova^{1, k)}

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

²*Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia*

³*Kamensk-Uralsky Metallurgical Works JSC,
5 Zavodskaya St., Sverdlovsk Region, Kamensk-Uralsky, 623405, Russia*

- a)  <https://orcid.org/0000-0002-9316-1369>  shveikin60@mail.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0003-0775-4043>  ks@imach.uran.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  nat@imach.uran.ru;
d)  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>  zadvorkin@imach.uran.ru;
e)  <https://orcid.org/0000-0001-8625-2310>  nata5-4@yandex.ru;
f)  <https://orcid.org/0009-0006-2851-227X>  razinkinav@kumz.ru;
g)  <https://orcid.org/0000-0002-4607-6612>  for_mtv01@mail.ru;
h)  <https://orcid.org/0009-0002-2835-8429>  Kalinina_NA@mail.ru;
i)  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  tatiana_8801@mail.ru;
j)  <https://orcid.org/0000-0002-8904-7600>  polina.skorynina@mail.ru;
k)  <https://orcid.org/0000-0002-8508-8413>  tuevaevgenya@mail.ru

*Corresponding author. E-mail: nata5-4@yandex.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russia

Tel.: +7 (343) 362-3043, fax: +7 (343) 374-5330

The paper proposes to supplement the monitoring of strain uniformity over the cross-section of extruded aluminum alloy bars, based on the macro- and microstructure in the central part, at $\frac{1}{2}$ radius, and in the surface zone in several cross-sections along the length of press products, with microindentation of these sections. For this purpose, the microstructure, the loading diagram, and the pattern of the distribution of micromechanical properties across the cross-section of extruded bars made of the AD33 and D16 aluminum alloys are comparatively analyzed. These alloys differ in that in one alloy, AD33, the alloying elements strengthen the aluminum-based solid solution without forming independent phases, and in the other, D16, they form strengthening intermetallic compounds Al_2CuMg . The microhardness of the AD33 alloy is ~ 55 HV 0.1, that of the D16 alloy being 120 HV 0.1. The alloys differ in the distribution of micromechanical properties over both the transverse and longitudinal sections of the extruded bars. It has been found that maximum homogeneity is characteristic of the central part of the rods made of both alloys. The microindentation data correlate with the changes in the microstructure and the results of assessing the distribution of microstrains in the crystal lattice of an aluminum-based solid solution over the cross-section of extruded products by EBSD using recrystallization maps. This makes it possible to recommend the mi-

croindentation method for assessing the distribution of strains over the cross-section of extruded aluminum alloy bars.

Keywords: aluminum alloys, compaction, microstructure, instrumented indentation, micromechanical properties, deformation, recrystallization, strength, moldability

Acknowledgment

The work was performed under the state assignment for the IES UB RAS. The equipment of the Plastometriya shared research facilities at the IES UB RAS was used in the research.

References

1. Livanov, V.A., ed. *Struktura i svoystva polufabrikatov iz alyuminievykh splavov* [Structure and Properties of Semi-Finished Products from Aluminum Alloys, series Aluminum Alloys: Handbook]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1974, 432 p. (In Russian).
2. Gun, G.Ya., Yakovlev, V.I., and Prudkovsky, B.A. *Pressovanie alyuminievykh splavov* [Pressing of Aluminum Alloys]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1974, 362 p. (In Russian).
3. Ermanok, M.Z., Feigin, V.I., and Sukhorukov, N.A. *Pressovanie profiley iz alyuminievykh splavov* [Extrusion of Aluminum Alloy Profiles]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1977. (In Russian).
4. Kuzmenko, V.A. *Pressovanie alyuminievykh splavov* [Pressing of Aluminum Alloys]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1986, 108 p. (In Russian).
5. Raitbarg, L.Kh. *Proizvodstvo pressovannykh profiley* [Production of Pressed Profiles]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1984, 264 p. (In Russian).
6. Perlin, I.L. and Reitbarg, L.Kh. *Teoriya pressovaniya metallov* [Theory of the Pressing of Metals]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1975, 448 p. (In Russian).
7. Kolachev, B.A., Elagin, V.I., and Livanov, B.A. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka tsvetnykh metallov i splavov* [Metallurgy and Heat Treatment of Non-Ferrous Metals and Alloys, 4th ed.]. MISiS Publ., Moscow, 2005, 432 p. (In Russian).
8. Teleshov, V.V., Snegireva, L.A., and Zakharov, V.V. On the influence of some processing factors on the structure and properties of large-sized extruded semiproducts. *Tekhnologiya Legkikh Splavov*, 2022, 1, 10–21. DOI: 10.24412/0321-4664-2022-1-10-21. (In Russian).
9. Loginov, Yu.N. and Degtyareva, O.F. Influence of the stage of pressing out of a hollow aluminum alloy ingot on the process of subsequent pressing. *Kuznechno-Shtampovochnoye Proizvodstvo. Obrabotka Materialov Davleniyem*, 2007, 7, 37–42. (In Russian).
10. Loginov, Yu.N., Razinkin, A.V., Shimov, G.V., Maltseva, T.V., Bushueva, N.I., Dymshakova, E.G., and Kalinina, N.A. Structure and strain state of aluminum bars at the initial phase of extrusion. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya*, 2023, 29 (2), 29–37. DOI: 10.17073/0021-3438-2023-2-29-37. (In Russian).
11. Loginov, Yu.N. and Antonenko, L.V. Study of the stress-strain state to prevent the formation of longitudinal cracks in pressed pipes. *Tsvetnyye Metally*, 2010, 5, 119–122. (In Russian).
12. Danilin, A.V., Danilin, V.N., and Romantsev, B.A. Predicting the type of structure after pressing in products made of hard-to-form aluminum alloys based on the results of mathematical modeling. *Kuznechno-Shtampovochnoye Proizvodstvo. Obrabotka Materialov Davleniyem*, 2019, 1, 26–38. (In Russian).
13. Berndt, N., Frint, P., Bohme, M., Muller, S., and Wagner, M.F.-X. On radial microstructural variations, local texture and mechanical gradients after cold extrusion of commercially pure aluminum. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 850, 143496. DOI: 10.1016/j.msea.2022.143496.

14. Hambli, R. and Badie-Levet, D. Damage and fracture simulation during the extrusion processes. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 2000, 186, 1, 109–120. DOI: 10.1016/S0045-7825(99)00109-7.
15. Golovin, Yu.I. *Nanoindentirovanie i ego vozmozhnosti* [Nanoindentation and Its Capabilities]. Mashinostroenie Publ., Moscow, 2009, 312 p. (In Russian).
16. Petrzhik, M.I. and Levashov, E.A. Modern methods for investigating functional surfaces of advanced materials by mechanical contact testing. *Crystallography Reports*, 2007, 52, 966–974. DOI: 10.1134/S1063774507060065.
17. Smirnov, S.V., Pugacheva, N.B., Tropotov, A.V., and Soloshenko, A.N. Resistance to deformation of structural constituents of a high-alloy brass. *Physics of Metals and Metallography*, 2001, 91 (2), 210–215.
18. ISO 14577-2:2002. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 2 (has been revised by ISO 14577-1:2015).
19. Oliver, W.C. and Pharr, J.M. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, 7 (6), 1564–1583. DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
20. Smirnov, S.V. and Smirnova, E.O. A technique for determining coefficients of the “stress–strain” diagram by nanoscratch test results. *Journal of Materials Research*, 2014, 29, 1730–1736. DOI: 10.1557/jmr.2014.188.
21. Golovin, Yu.I. *Zondovye nanotekhnologii* [Probe Nanotechnologies, ch. 5]. In: D.L. Merson, ed. *Advanced Materials. Structures and Methods of Study*, TGU, MISiS Publ., Moscow, 2006, pp. 149–246. (In Russian).
22. Leyland, A. and Matthews, A. On the significance of the H/E Ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimized tribological behavior. *Wear*, 2000, 246 (1–2), 1–11. DOI: 10.1016/S0043-1648(00)00488-9.
23. Makarov, A.V., Korshunov, L.G., Malygina, I.Yu., and Osintseva, A.L. Effect of laser quenching and subsequent heat treatment on the structure and wear resistance of a cemented steel 20KhN3A. *Physics of Metals and Metallography*, 2007, 103 (5), 507–518. DOI: 10.1134/S0031918X07050110.
24. Savrai, R.A., Skorynina, P.A., Makarov, A.V., and Osintseva, A.L. Effect of liquid carburizing at lowered temperature on the micromechanical characteristics of metastable austenitic steel. *Physics of Metals and Metallography*, 2020, 121 (10), 1015–1020. DOI: 10.1134/S0031918X20100105.
25. Pugacheva, N.B., Nikolin, Y.V., Bykova, T.M., and Senaeva, E.I. Structure and properties of a SHS Cu–Ti–C–B composite. *Physics of Metals and Metallography*, 2022, 123, 43–49. DOI: 10.1134/S0031918X22010100.
26. Wilkinson, A.J., Meaden, G., and Dingley, D.J. High resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: new levels of sensitivity. *Ultramicroscopy*, 2006, 106 (4–5), 307–313. DOI: 10.1016/j.ultramic.2005.10.001.
27. Davis, A.E., Hönnige, J.R., Martina, F., and Prangnell, P.B. Quantification of strain fields and grain refinement in Ti-6Al-4V inter-pass rolled wire-arc AM by EBSD misorientation analysis. *Materials Characterization*, 2020, 170, 110673. DOI: 10.1016/j.matchar.2020.110673.
28. Schwarzer, R.A., Field, D.P., Adams, B.L., Kumar, M., and Schwartz, A.J. Present state of electron backscatter diffraction and prospective developments. In: *Electron Backscatter Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Springer, Berlin, 2009, pp. 1–20.
29. Arsenlis, A. and Parks, D. Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density. *Acta Materialia*, 1999, 47, 1597–1611. DOI: 10.1016/S1359-6454(99)00020-8.

30. Kamaya, M., Wilkinson, A.J., and Titchmarsh, J.M. Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy by electron backscatter diffraction. *Acta Materialia*, 2006, 54 (2), 539–548. DOI: 10.1016/j.actamat.2005.08.046.
31. Maurice, C. and Fortunier, R.A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns. *Journal of Microscopy*, 2008, 230, 520–529. DOI: 10.1111/j.1365-2818.2008.02045.x.
32. Rusakov, A.A. *Rentgenografiya metallov* [Radiography of Metals]. Atomizdat Publ., Moscow, 1977, 480 p. (In Russian).
33. Mirkin, L.I. *Rentgenostrukturnyi kontrol mashinostroitelnykh materialov: spravochnik* [X-Ray Structural Control of Machine-Building Materials]. MGU Publ., Moscow, 1976, 134 p. (In Russian).
34. ISO 14577-2:2015. Metallic materials – Instrumented indentation test for hardness and materials parameters – Part 2: Verification and calibration of testing machines. – 2015.
35. Maltsev, V.M. *Metallografiya promyshlennykh tsvetnykh metallov i splavov* [Metallography of Industrial Non-Ferrous Metals and Alloys]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1970, 364 p. (In Russian).
36. Samsonov, G.V., ed. *Svoystva elementov. Fizicheskie svoystva* [Properties of Elements. Physical Properties, part 1: reference book]. Metallurgiya Publ. Moscow, 1976, 600 p. (In Russian).
37. Gorelik, S.S., Dobatkin, S.V., and Kaputkina, L.M. *Rekristallizatsiya metallov i splavov* [Recrystallization of Metals and Alloys]. MISiS Publ., Moscow, 2005, 432 p. (In Russian).

Подана в журнал: 28.10.2023

УДК 669.135: 620.186:620.17

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.045-064

ПРИМЕНЕНИЕ МИКРОИНДЕНТИРОВАНИЯ ДЛЯ ОЦЕНКИ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕФОРМАЦИЙ ПО СЕЧЕНИЮ ПРЕССОВАННЫХ ЗАГОТОВОК ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

В. П. Швейкин^{1, 2, а)}, И. С. Каманцев^{1, б)}, Н. Б. Пугачева^{1, 2, в)}, С. М. Задворкин^{1, г)},
Е. И. Сенаева^{1, 2, д), *}, А. В. Разинкин^{3, е)}, Т. В. Мальцева^{2, 3, ж)}, Н. А. Калинина^{1, 3, з)},
Т. М. Быкова^{1, 2, и)}, П. А. Скорынина^{1, к)}, Е. А. Путилова^{1, л)}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения имени Э. С. Горкунова Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, 620049, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,
ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002, Россия

³ОАО «Каменск-Уральский металлургический завод»,
ул. Заводская, 5, Свердловская область, г. Каменск-Уральский, 623405, Россия

- а)  <https://orcid.org/0000-0002-9316-1369>  shveikin60@mail.ru;
б)  <https://orcid.org/0000-0003-0775-4043>  ks@imach.uran.ru;
в)  <https://orcid.org/0000-0001-8015-8120>  nat@imach.uran.ru;
г)  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>  zadvorkin@imach.uran.ru;
д)  <https://orcid.org/0000-0001-8625-2310>  nata5-4@yandex.ru;
е)  <https://orcid.org/0009-0006-2851-227X>  razinkinav@kumz.ru;
ж)  <https://orcid.org/0000-0002-4607-6612>  for_mtv01@mail.ru;
з)  <https://orcid.org/0009-0002-2835-8429>  Kalinina_NA@mail.ru;
и)  <https://orcid.org/0000-0002-8888-6410>  tatiana_8801@mail.ru;
к)  <https://orcid.org/0000-0002-8904-7600>  polina.skorynina@mail.ru;
л)  <https://orcid.org/0000-0002-8508-8413>  tuevaevgenya@mail.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: nata5-4@yandex.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия
Тел.: +7 (343) 362-30-23, факс: +7 (343) 374-53-30

Предложено дополнить текущий контроль степени однородности деформации по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов, выполняемый по макро- и микро-структуре в центральной части, на 1/2 радиуса и в поверхностной зоне в нескольких поперечных сечениях по длине пресс-изделий, микроиндентированием этих участков. Для этого проведен сравнительный анализ микроструктуры, диаграммы нагружения и характера распределения показателей микромеханических свойств по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов АД33 и Д16. Эти сплавы отличаются тем, что в одном (АД33) легирующие элементы упрочняют твердый раствор на основе алюминия и не образуют самостоятельных фаз, а в другом (Д16) образуют упрочняющие интерметаллиды Al₂CuMg. Микро-твердость сплава АД33 составила ~55 HV 0,1, а сплава Д16 – 120 HV 0,1. Исследованные сплавы отличаются распределением показателей микромеханических свойств как по поперечному, так и по продольному сечению прессованных заготовок. Установлено, что максимальная однородность характерна для центральной части прутков из обоих сплавов. Данные микроиндентирования коррелируют с изменениями микроструктуры и результатами оценки

распределения микродеформаций кристаллической решетки твердого раствора на основе алюминия по сечению пресс-изделий методом дифракции отраженных электронов по картам рекристаллизации, что позволяет рекомендовать метод микроиндентирования для оценки распределения деформаций по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, прессование, микроструктура, инструментальное индентирование, микромеханические свойства, деформация, рекристаллизация, прочность, пластичность

1. Введение

При производстве заготовок из алюминиевых сплавов наиболее распространены в промышленности методы прессования [1–3]. Это обусловлено, прежде всего, возможностью получения заготовок разного профиля в зависимости от формы матрицы, а также преимуществами всестороннего неравномерного сжатия в ходе обработки давлением [2–4]. Известно [4–6], что деформация при прессовании, особенно в начальной стадии процесса, является неравномерной, что приводит к существенным различиям механических свойств по сечению заготовок (преимущественно больших размеров) [1, 7]. Начальную стадию прессования, которая начинается с заполнения металлом контейнера прессы, называют нестационарной [8, 9]. Выдавливание через матрицу передней части прутка сопровождается постепенным увеличением уровня проникновения деформации внутрь металла [10]. Поскольку в этот период уровень сжимающих напряжений еще недостаточно велик, возможно появление трещин в заготовке [11]. Когда происходит стабилизация деформаций металла заготовки, наступает стационарная стадия, при которой структура и свойства сплава распределены равномерно по длине заготовки [12], хотя по поперечному сечению возможна неоднородность [13]. На периферии пресс-изделия всегда наблюдается значительная деформация, которая может привести к появлению поверхностных дефектов [14]. В производственных условиях важно грамотно реализовать текущий контроль степени однородности деформации по сечению заготовок в процессе прессования. Отчасти это достигается контролем макро- и микроструктуры в центральной части, на $1/2$ радиуса и в поверхностной зоне на поперечных сечениях пресс-изделий. Но определение только структурных изменений не позволяет оценить однородность деформаций. В этой связи представляется перспективным применение метода инструментального индентирования для оценки характера распределения деформаций по сечению пресс-заготовки из алюминиевого сплава.

В ходе инструментального индентирования при вдавливании индентора, как и при растяжении образца, вначале возникает упругая деформация в испытуемом материале, а затем появляются признаки пластической деформации, формируется остаточный отпечаток, который уже не исчезает после снятия нагрузки. Возникновение и увеличение пластической деформации при вдавливании, как и при растяжении, связано с образованием и перемещением дислокаций, плотность которых возрастает по мере увеличения нагрузки на индентор и диаметра отпечатка [15, 16]. Если перед индентированием сплав уже в значительной степени деформирован, то это затруднит движение дислокаций при внедрении индентора. Поэтому степень деформации сплава после прессования будет существенно влиять на результаты инструментального индентирования. Вследствие контактного характера приложения нагрузки объем материала под индентором испытывает сопротивление окружающих объемов и находится в состоянии всестороннего сжатия. Это самое мягкое из реализуемых в практике механических испытаний напряженных состояний (за исключением специальных испытаний на сжатие под гидростатическим давлением), поэтому даже очень хрупкие материалы при измерении твердости вдавливанием не разрушаются и дают «пластический» отпечаток [16, 17].

Метод инструментального индентирования давно используется для контроля и диагностики качества сплавов и композитов. Порядок проведения испытаний и определения микромеханических свойств регламентирован международным стандартом ISO 14577–1:2002 [18]. По данным непрерывного индентирования можно восстанавливать кривые активного деформирования и ползучести материалов, не поддающихся пластическому деформированию в макроопытах из-за опережающего квазихрупкого разрушения (керамик, минеральных и металлических стекол, карбидов, нитридов, боридов тугоплавких металлов и т. д.) [19, 20]. Этим методом также определяют характеристики подвижности дислокаций в кристаллических материалах и коэффициент вязкости разрушения (по размерам трещин вокруг отпечатка и величине силы вдавливания). Путем многократного нагружения одной и той же области или нанесения нанощарапин моделируют процессы износа и усталости в приповерхностных слоях, изучают фазовые переходы, индуцированные высоким гидростатическим давлением под индентором, исследуют зависящие от времени характеристики материала и коэффициенты скоростной чувствительности механических свойств как на стадии погружения, так и на стадии вязкоупругого восстановления отпечатка после разгрузки [21]. Методом наноиндентирования можно также оценивать пористость материала, величину и распределение внутренних напряжений, толщину, степень адгезии и механические свойства тонких слоев и покрытий, исследовать структуру многофазных материалов, определять модули упругости, скорость звука и анизотропию механических свойств [22–25].

Для оценки распределения микродеформаций в объеме сплавов успешно используют метод EBSD-анализа, позволяющий определять величину поворота кристаллической решетки, напрямую связанную с плотностью дислокаций [26, 27]. Этот метод позволяет определить локальные деформации на заданном участке поверхности шлифа, причем возможно картирование распределений деформаций с высоким пространственным разрешением и хорошей чувствительностью [28–31]. Немаловажным является тот факт, что EBSD-анализ избавляет от необходимости приготовления образцов в виде тонких фольг для анализа методом дифракции электронов в сходящемся пучке.

Цель работы заключалась в обосновании применения метода инструментального микроиндентирования для оценки распределения деформаций по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов по результатам сравнительного анализа диаграмм нагружения и распределения показателей микромеханических свойств по сечению прессованных заготовок из сплавов АД33 и Д16 и сопоставлении полученных результатов с данными EBSD-анализа.

2. Материалы и методы исследования

2.1. Материалы

Материалами исследования были образцы из алюминиевых сплавов АД33 (аналог сплава 6061 по стандарту ASTM системы Al–Mg–Si) и Д16 (аналог сплава 2024 системы Al–Cu–Mg). Химические составы исследованных сплавов приведены в таблице 1.

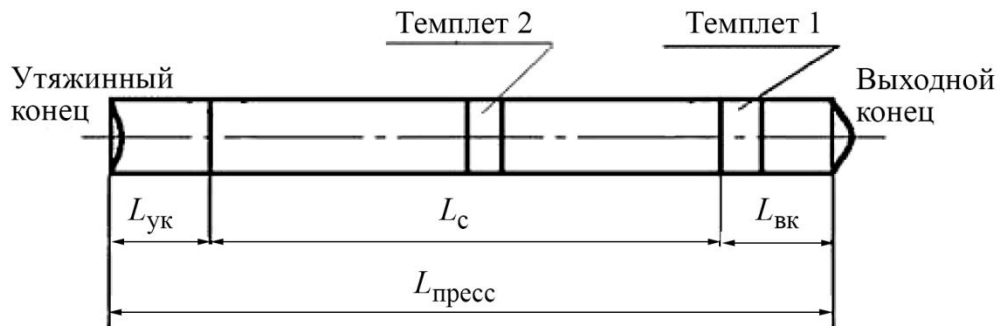
Таблица 1

Химический состав алюминиевых сплавов АД33 и Д16, масс. %

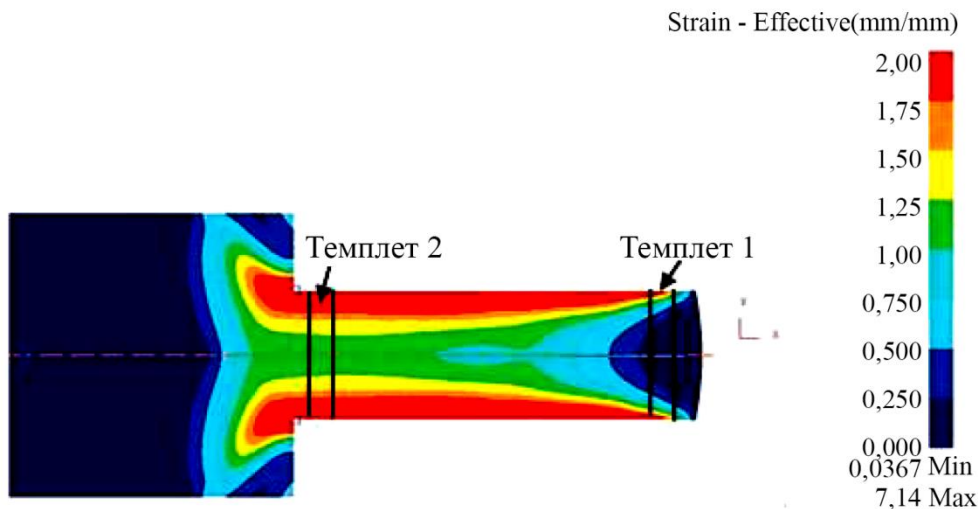
Сплав	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Si	Cr	Ti
АД33 (6033)	0,58	6,17	0,19	0,1	0,02	0,60	0,14	0,06
Д16 (2024)	0,20	4,20	0,40	1,5	0,09	0,07	0,01	0,07

Исследовали образцы, вырезанные из прутков после непрерывного литья, а также после прессования в соответствии с технологической документацией и в условиях ОАО «Каменск-

Уральский металлургический завод» на прессе с номинальным усилием 120 МН из слитков диаметром 800 мм с получением прутка диаметром 355,6 мм. Прессование производили прямым методом без применения смазки. Нагрев слитков перед прессованием до температур 470–480 °С производился в двухкамерных печах конвейерного типа. Относительное обжатие в таком процессе равно 80 %, а коэффициент вытяжки – 5,06. Темплеты для исследований вырезали из выходного конца, образующегося в нестационарных условиях деформации, и из средней части пресс-изделий, где поля деформации стабилизируются. Схема вырезки показана на рисунке 1 а. В каждом темплете образцы вырезали из центральной части, на 1/2 радиуса и вблизи поверхности. Выполненное ранее численное моделирование процесса прессования прутка из алюминиевого сплава АД33 позволяет оценить характер распределения степени деформации по сечению пресс-изделия и в выбранных для исследования темплетях (рис. 1 б).



а



б

Рис. 1. Схема вырезки образцов для исследований из пресс-изделия (а) и распределение степени деформации по сечению прутка по результатам численного моделирования (б) [10]:

$L_{\text{пресс}}$ – прессуемая длина изделия; $L_{\text{с}}$ – сдаточная длина изделия; $L_{\text{вк}}$ – длина выходного конца, отрезаемого в отходы; $L_{\text{ук}}$ – длина утяжинного конца, отрезаемого в отходы

2.2. Методы исследования

Микроструктуру сплавов исследовали на оптическом микроскопе Neophot 21. Фазовый состав сплавов определяли по результатам рентгеновской съемки на дифрактометре Shimadzu XRD 7000 в монохроматизированном $K\alpha$ -излучении хрома. Параметр решетки

твердого раствора на основе алюминия рассчитывали по формуле Вульфа – Брэгга [32, 33] для рефлексов (111) с углом дифракции в $K\alpha$ -излучении хрома $\Theta \cong 29,5^\circ$, (200) с углом дифракции $\Theta \cong 34,5^\circ$, (220) с углом дифракции $\Theta \cong 53,3^\circ$, (311) с углом дифракции $\Theta \cong 69,8^\circ$, (222) с углом дифракции $\Theta \cong 78,5^\circ$ и последующей экстраполяцией полученных величин на угол $\Theta = 90^\circ$, при котором погрешность определения параметра решетки минимальна.

Для экспериментальной оценки распределения микроискажений (микродеформаций) по сечению прессованных заготовок использовали сравнительный анализ карт рекристаллизации, полученных методом дифракции отраженных электронов с помощью программного комплекса к приставке Oxford HKL Nordlys F+ на сканирующем электронном микроскопе Tescan.

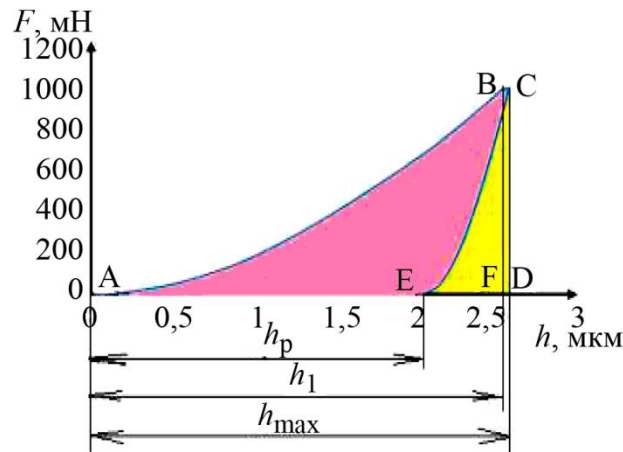


Рис. 2. Общий вид диаграммы нагружения и измеряемые параметры

Инструментальное индентирование с записью диаграмм нагружения проводили на измерительной системе Fischerscope HM 2000 XYm с использованием индентора Виккерса и программного обеспечения WIN-HCU при максимальной нагрузке 0,980 Н, времени нагружения 20 с, выдержке при нагрузке 15 с и времени разгрузки 20 с по стандарту ISO 14577-1:2002 [18]. Погрешность характеристик микротвердости и микроиндентирования по 10 измерениям рассчитывали с доверительной вероятностью $p = 0,95$ в соответствии с требованиями ISO 14577-2:2015 [34] и ГОСТ Р 8.748-2011 [35]. По результатам индентирования определяли следующие показатели микромеханических свойств: микротвердость по Виккерсу (HV), контактный модуль упругости (E^*), составляющую работы пластической деформации при индентировании (φ), ползучесть при индентировании (C_{IT}), показатель упругого восстановления (R_e). Расчеты показателей φ , C_{IT} и R_e проводили по следующим формулам:

$$\varphi = (1 - W_e/W_t) \cdot 100 \%, \tag{1}$$

$$C_{IT} = \frac{h_{max} - h_1}{h_1} \cdot 100\% , \tag{2}$$

$$R_e = \frac{h_{max} - h_p}{h_{max}} \cdot 100\% , \tag{3}$$

где W_e – работа упругой деформации при индентировании (площадь под кривой EBCD на рис. 2); W_t – полная механическая работа при индентировании, определяемая площадью под кривой нагружения ABCD на рис. 2; h_1 – глубина внедрения индентора, соответствующая

щая начальной точке горизонтального участка на кривой нагружения, h_p – глубина отпечатка после снятия нагрузки, h_{max} – максимальная глубина внедрения индентора (рис. 2).

3. Результаты исследования и обсуждение

3.1. Микроструктура и фазовые составы алюминиевых сплавов АД33 и Д16 в литом состоянии и после прессования

Согласно литературным данным [1, 7, 36], основными фазами в структуре сплава АД33 являются твердый раствор на основе алюминия и силицид магния Mg_2Si . На дифрактограмме, приведенной на рисунке 3 а, присутствуют только рентгеновские рефлексы, соответствующие твердому раствору с гранцентрированной кубической кристаллической решеткой. Отсутствие рентгеновских рефлексов других фаз связано со сравнительно небольшим содержанием легирующих элементов, которые легируют твердый раствор, не образуя самостоятельных фаз. Возможно, частицы Mg_2Si все-таки образуются в сплаве АД33, но в малом количестве, и имеют малые размеры, что не позволяет зафиксировать их наличие с помощью рентгенофазового анализа. Параметр кристаллической решетки образца, вырезанного из центральной части литой заготовки, равен $4,052 \text{ \AA}$, что несколько больше параметра решетки чистого алюминия, который равен $4,0494 \text{ \AA}$ [36]. Это обстоятельство может быть обусловлено тем, что магний, основной легирующий элемент сплава АД33, имеет атомный радиус $1,60 \text{ \AA}$, то есть заметно больший, чем у алюминия ($1,43 \text{ \AA}$) [37], поэтому при легировании твердого раствора параметр решетки увеличивается. В литом сплаве АД33 наблюдали усадочную пористость (рис. 4 а). Средний размер зерна составил 99 мкм на периферии, 127 мкм на $1/2$ радиуса и 133 мкм в центре.

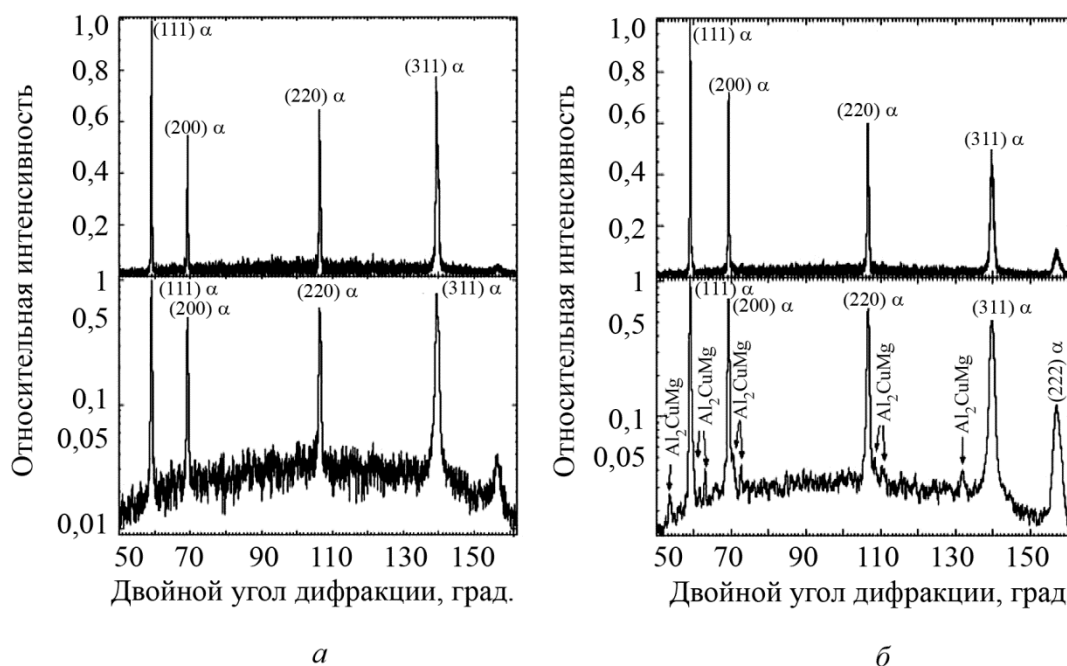


Рис. 3. Фрагменты дифрактограмм литых сплавов АД33 (а) и Д16 (б) в линейном и логарифмическом масштабах

Основными фазами в структуре сплава Д16, помимо твердого раствора на основе алюминия, являются интерметаллиды $CuAl_2$ (θ -фаза) и Al_2CuMg (S -фаза) [1, 36]. На дифрактограмме, приведенной на рисунке 3 б в логарифмическом масштабе, заметны очень слабые рентгеновские

рефлексы, которые соответствуют S-фазе. Рефлексы, соответствующие фазе CuAl_2 , на дифрактограмме отсутствуют. Параметр кристаллической решетки образца, вырезанного из центральной части слитка, равен $4,049 \text{ \AA}$, что практически совпадает с параметром решетки чистого алюминия, который равен $4,0494 \text{ \AA}$ [37]. Это обстоятельство может быть обусловлено тем, что медь и магний образуют интерметаллид Al_2CuMg (S-фазу) и не легируют твердый раствор.

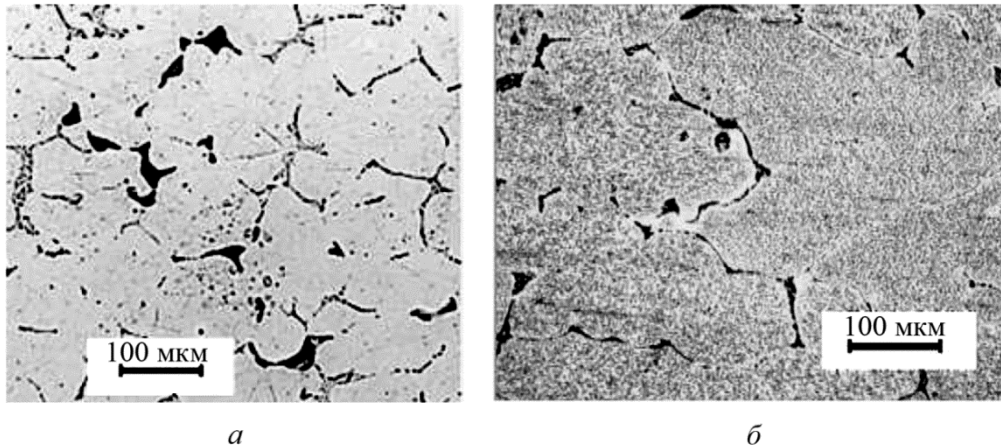


Рис. 4. Микроструктура литых сплавов АД33 (а) и Д16 (б) в центре отливки

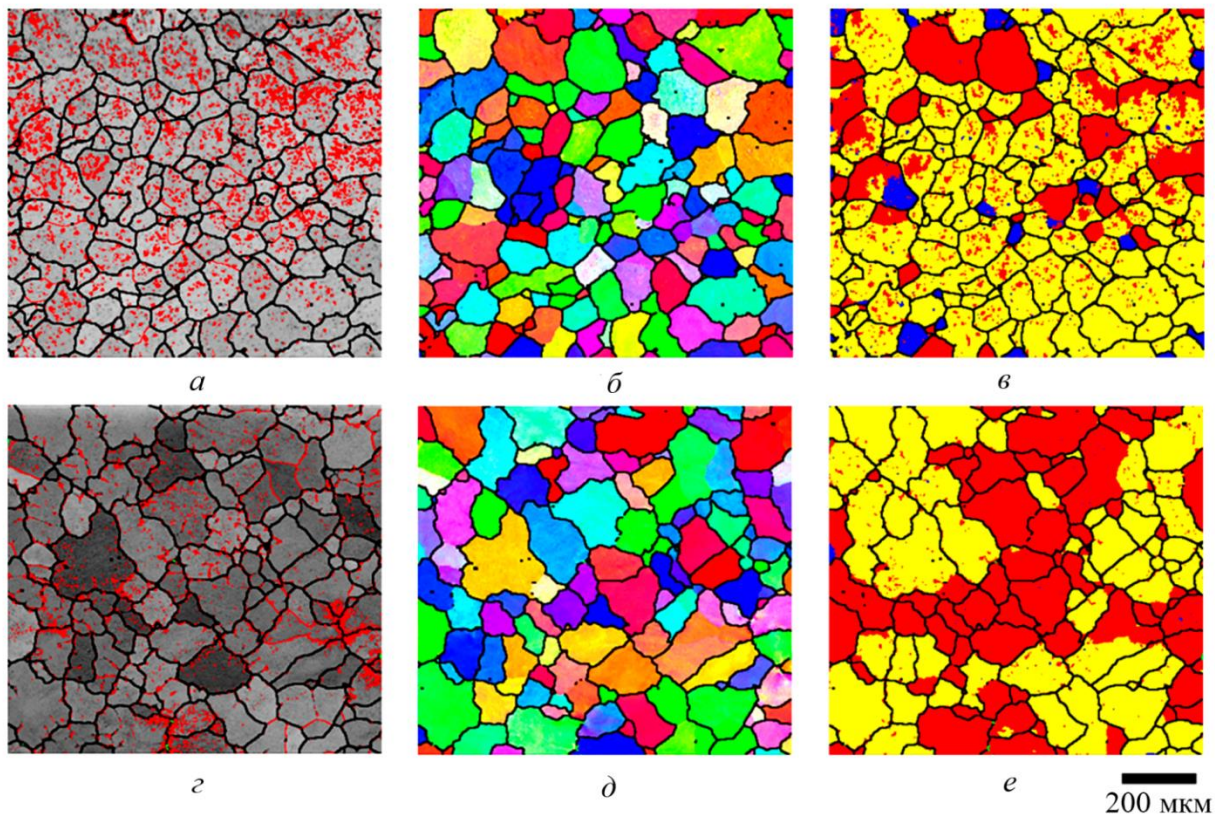


Рис. 5. EBSD-анализ сплавов АД33 (а–в) и Д16 (г–е) в литом состоянии (центр слитка, поперечные сечения): а, г – карты контуров; б, д – карты разориентировок; в, е – карты рекристаллизации (красный цвет – деформированные зерна, желтый – субзерна, синий – рекристаллизованные зерна)

Результаты EBSD-анализа показали, что в литом состоянии сплав Д16 более деформирован: содержание деформированных зерен в нем примерно в 2 раза выше (табл. 2), чем в сплаве АД33, а рекристаллизованные зерна практически отсутствуют, хотя в обоих сплавах преобладает субструктура, образовавшаяся при динамической полигонизации [38]. На рисунке 5 синим цветом обозначены зерна, внутри которых кристаллическая решетка имеет углы разориентировки менее 2° . Такие зерна считаются рекристаллизованными, т. е. практически свободными от дислокаций и характеризующимися минимальным уровнем микронапряжений. Желтым цветом выделены зерна с субструктурой, внутри субзерен углы разориентировок кристаллической решетки не превышают 2° , а между субзернами они более 2° , но менее 15° . Красным цветом выделены зерна, имеющие угол разориентировки атомных плоскостей более 15° , их принято считать деформированными, плотность дислокаций в них максимальна.

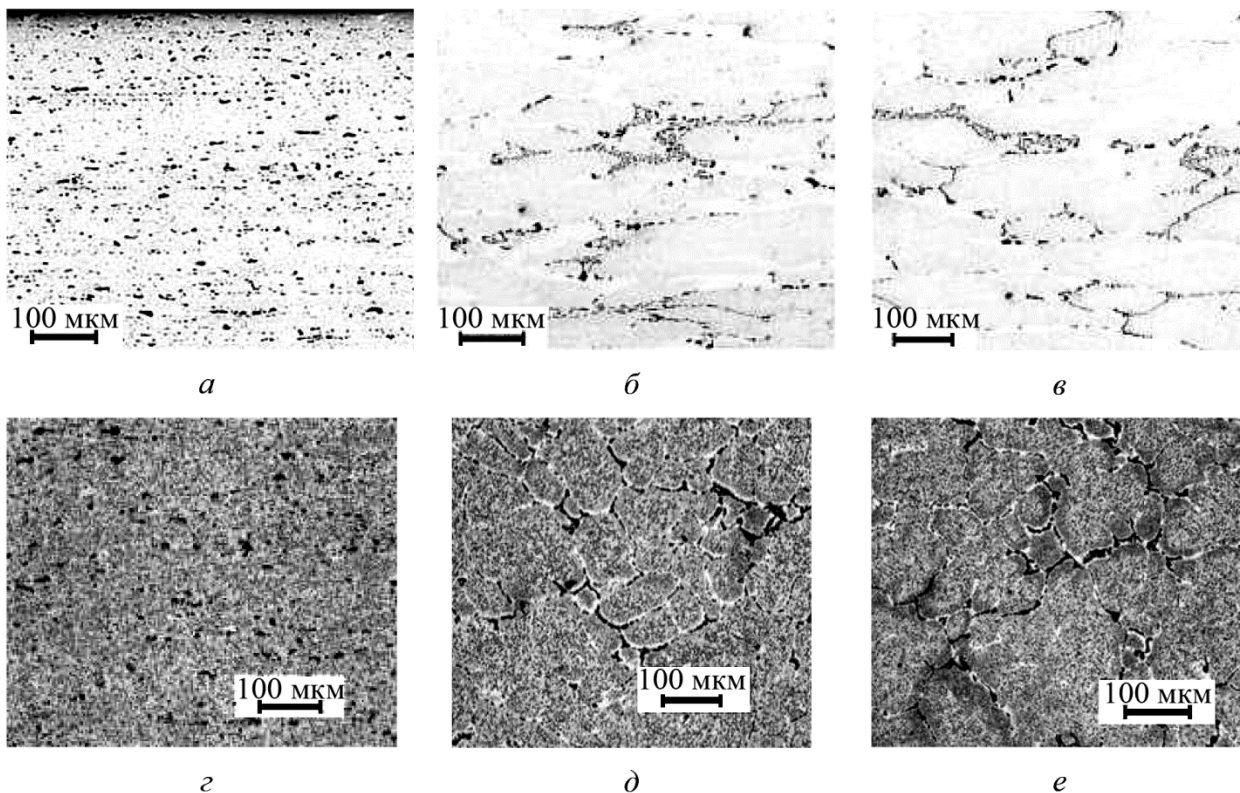


Рис. 6. Микроструктура выходного конца (температ 1) пресс-изделия из сплава АД33 (а–в) и Д16 (г–е): а, г – периферия; б, д – 1/2 радиуса; в, е – центр

Размеры литых прутков значительны, поэтому охлаждение центральных зон происходит достаточно медленно, при этом успевают произойти полигонизация и рекристаллизация. Поэтому в центральной части прутков из обоих сплавов преобладает субкристаллическая структура (рис. 5 в, е). Тем не менее доля деформированных зерен в центральной части литых прутков весьма существенна, что очевидно обусловлено различиями скоростей охлаждения поверхностных слоев и центральной части. Закристаллизовавшиеся поверхностные слои оказывают давление на остающиеся еще в расплавленном состоянии центральные части, поэтому при кристаллизации центральной части вполне возможны микроискажения кристаллической решетки твердого раствора на основе алюминия и вызванные этим остаточные напряжения.

После прессования фазовый состав исследованных сплавов не изменился. По сечению темплетов, вырезанных из выходной части прутков из обоих сплавов, наблюдается структурная неоднородность (рис. 6): на периферии структурные составляющие имеют измельченный вид и равномерное распределение (рис. 6 *a, z*), на 1/2 радиуса и в центре структура имеет вид малодеформированного состояния, сохраняя в некоторых участках литое строение (рис. 6 *б, в, д, е*).

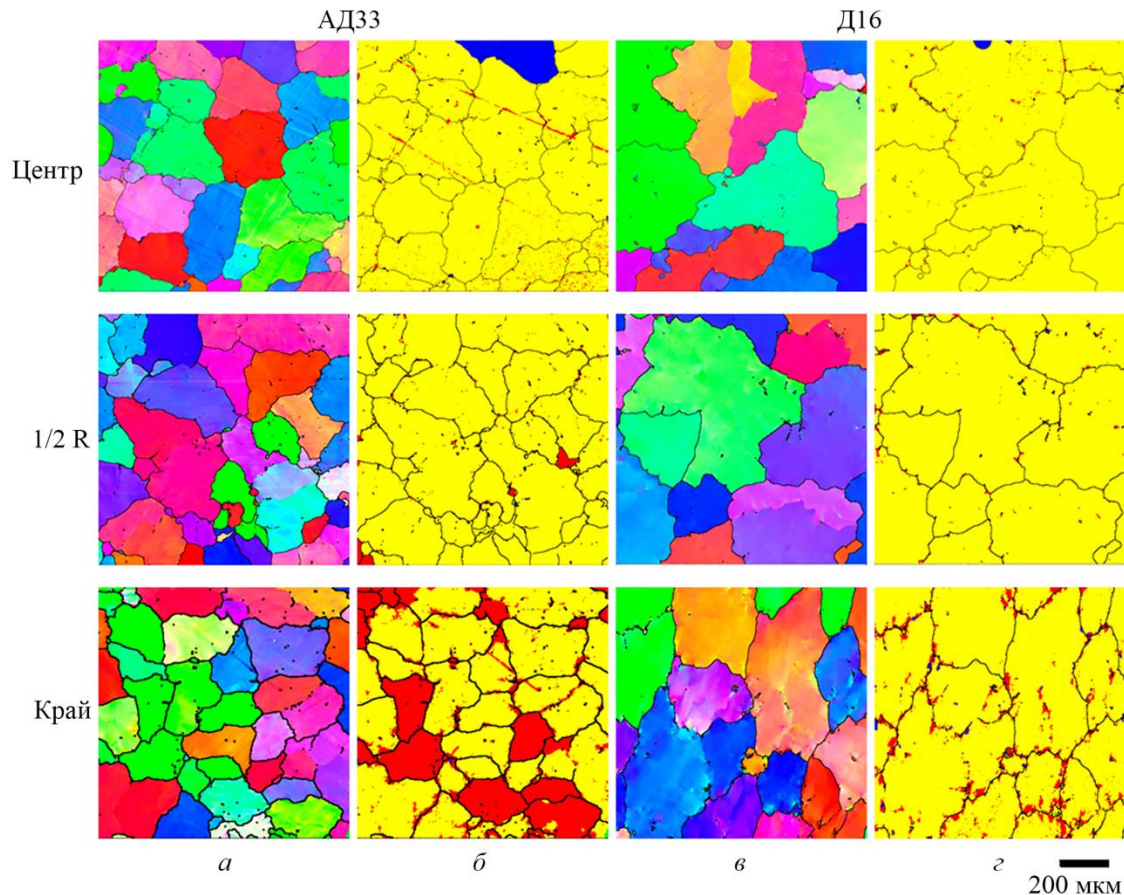


Рис. 7. EBSD-анализ выходной части (темплет 1) прутков из сплавов АД33 и Д16: *a, в* – карты разориентировок; *б, z* – карты рекристаллизации (красный цвет – деформированные зерна, желтый – субзерна, синий – рекристаллизованные зерна)

В процессе прессования с предварительным нагревом заготовок, наряду с деформацией, происходят процессы динамической полигонизации и рекристаллизации. EBSD-анализ показал (рис. 7), что в выходной части прутка после прессования (темплет 1 на рис. 1) по всему сечению заготовки преобладает субструктура при минимальном количестве деформированных зерен даже вблизи поверхности поковок (табл. 3), что свидетельствует о преобладающей доле динамической полигонизации в алюминиевых сплавах. Это соответствует данным работы [10] по распределению степени деформации, полученным в результате численного моделирования процесса прессования пресс-изделий из алюминиевых сплавов. Приповерхностные слои заготовки из сплава АД33 содержат большее количество деформированных зерен по сравнению с этой же областью заготовки из сплава Д16 (см. табл. 3).

Таблица 2

Параметры кристаллической решетки твердого раствора на основе алюминия образцов сплавов АД33 и Д16 в разных сечениях пресс-заготовки

Место вырезки образцов	Сплав	Литой	Темплет 1 (выходной конец)			Темплет 2 (центральная часть)		
			Центр	1/2 R	Край	Центр	1/2 R	К
Параметр решетки, Å	АД33	4,052	4,052	4,051	4,052	4,052	4,052	4,052
	Д16	4,049	4,049	4,049	4,050	4,049	4,050	4,051

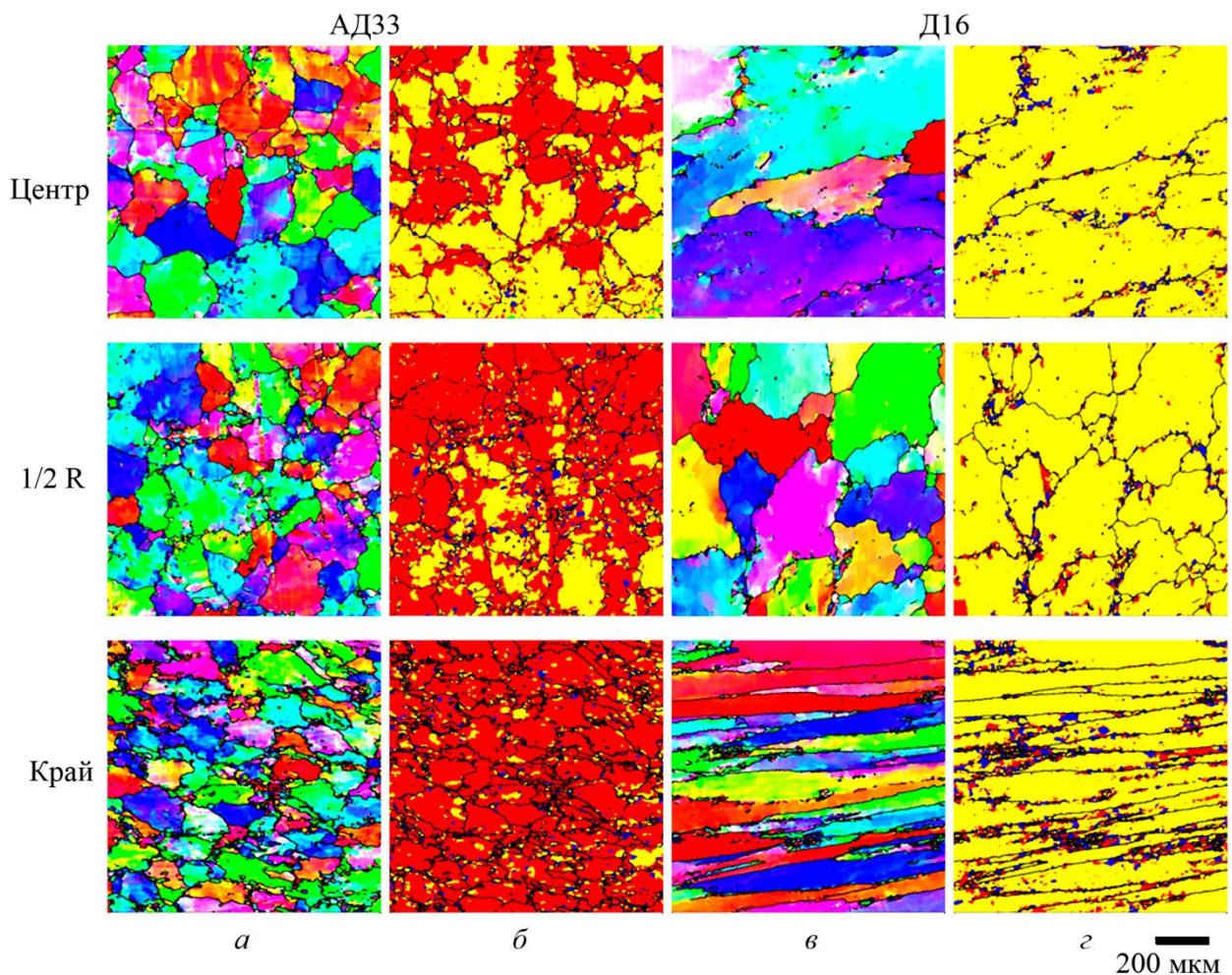


Рис. 8. EBSD-анализ темплета 2 прутков из сплавов АД33 и Д16:
а, в – карты разориентировок; б, г – карты рекристаллизации (красный цвет – деформированные зерна, желтый – субзерна, синий – рекристаллизованные зерна)

В средней части пресс-изделий (темплет 2), сформировавшихся на установившейся стадии прессования, структура сплавов более однородна по сечению заготовки. При этом существенно увеличивается количество деформированных зерен, особенно в случае сплава АД33 (табл. 3): даже в центральной части пресс-изделия доля деформированных зерен составила 45 %. На 1/2 радиуса прутка и вблизи поверхности преобладают деформированные зер-

на – 72 и 84 % соответственно. В прутке из сплава Д16 количество деформированных зерен значительно меньше, основу составляет субкристаллическая структура, появившаяся в результате динамической полигонизации (табл. 3, рис. 8).

Таблица 3

Объемные доли деформированных (ДЗ), полигонизованных (С) и рекристаллизованных зерен (РЗ) в литом состоянии и после прессования заготовок из сплавов АД33 и Д16, %

№ темплета (рис. 1)	Место вырезки образцов	АД33			Д16		
		ДЗ	С	РЗ	ДЗ	С	РЗ
Литой	центр	27	69	4	47,5	52	0,5
1	центр	1,5	94	4,5	0,7	99	0,3
	1/2 радиуса	2	97,5	0,5	1	99	0
	край	31	68	1	7	92	1
2	центр	45	53	2	4	92	4
	1/2 радиуса	72	24	4	6	91	3
	край	84	10	6	13	79	8

3.2. Результаты микроиндентирования

Условия деформации анализируемых темплетов оказывают существенное влияние на распределение микромеханических свойств по их поперечному сечению. Характер распределения кривых нагружения различен, он зависит от места вырезки образцов (рис. 9): либо они расположены компактно, как на рис. 9 б, либо они рассредоточены на довольно большой ширине диаграммы, что соответствует существенным различиям глубины внедрения индентора, а значит и различиям состояния сплавов перед индентированием (рис. 9 а). Сплав АД33 менее твердый – около 55 HV 0,1, не упрочняется при деформации и характеризуется максимальными показателями пластичности на микроуровне (значения ϕ и S_{IT} в табл. 4). Твердость сплава Д16 в среднем составила 120 HV 0,1, после прессования показатели ϕ и S_{IT} немного повышаются (табл. 4). Выходная часть прутков из обоих сплавов (темплет 1), которая формируется в условиях нестационарного состояния, весьма неоднородна по микромеханическим свойствам, что соответствует полученным ранее результатам численного моделирования по распределению степени деформации по мере выдавливания переднего конца прутка [10]. Для сплава АД33 максимальным разбросом микромеханических свойств после прессования характеризуется центр прутка (рис. 10 а), а для сплава Д16 – 1/2 радиуса и периферия (рис. 10 д, е). Распределение микромеханических свойств сплава Д16 в темплете 1 более неоднородно по сравнению со сплавом АД33, что, скорее всего, определяется неравномерным распределением частиц интерметаллида Al_2CuMg по объему сплава. В центральной части прутка сплава Д16 явно выделяются 2 группы кривых нагружения (рис. 10 в). На 1/2 радиуса разброс кривых нагружения по глубине вдавливания индентора составил 1,3 мкм (рис. 10 з). На периферии выходной части прутка из сплава Д16 выделяются 3 группы кривых нагружения (рис. 10 е): группу 1, скорее всего, следует отнести к участкам с интерметаллидами, а группы 2 и 3 вполне могут отличаться степенью деформации зерен.

В центральной части прутков (темплет 2) распределение микромеханических свойств однородно (рис. 11), причем максимально однородны образцы из сплава Д16 (рис. 11 з–е). Модуль упругости при данных температуре и давлении является только функцией природы атомов и их расположения относительно друг друга [21], т. е. он может измениться по величине только в результате изменения состава материала или его кристаллической структуры, а

также одновременно того и другого. Поскольку параметр решетки твердого раствора на основе алюминия в сплавах АД33 и Д16 не меняется, изменения значений модуля E^* вызваны деформационными процессами. Более высокие значения E^* в сплаве Д16 могут быть обусловлены вкладом частиц интерметаллида Al_2CuMg , характеризующихся наличием ковалентной составляющей связи между атомами в кристаллической решетке.

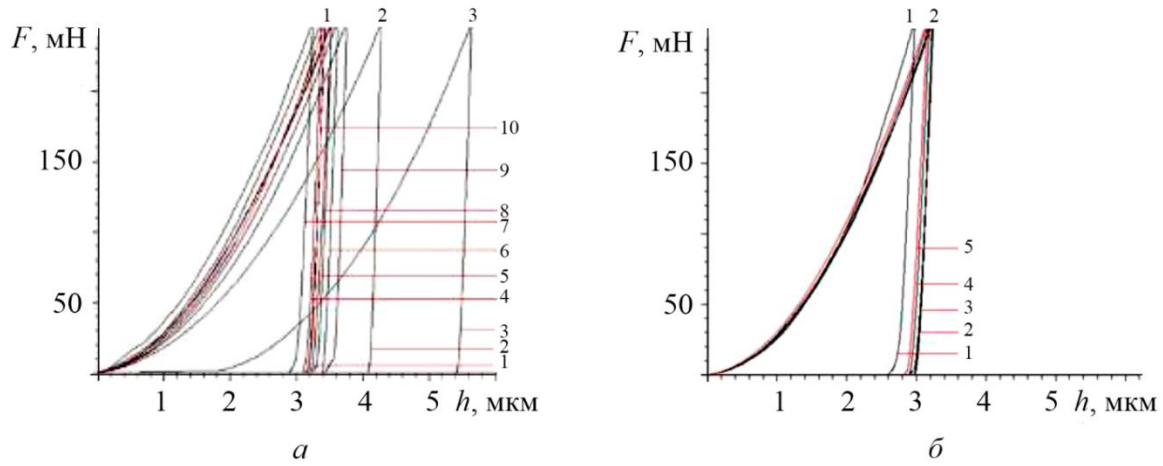


Рис. 9. Диаграммы нагружения литых сплавов АД33 (а) и Д16 (б)

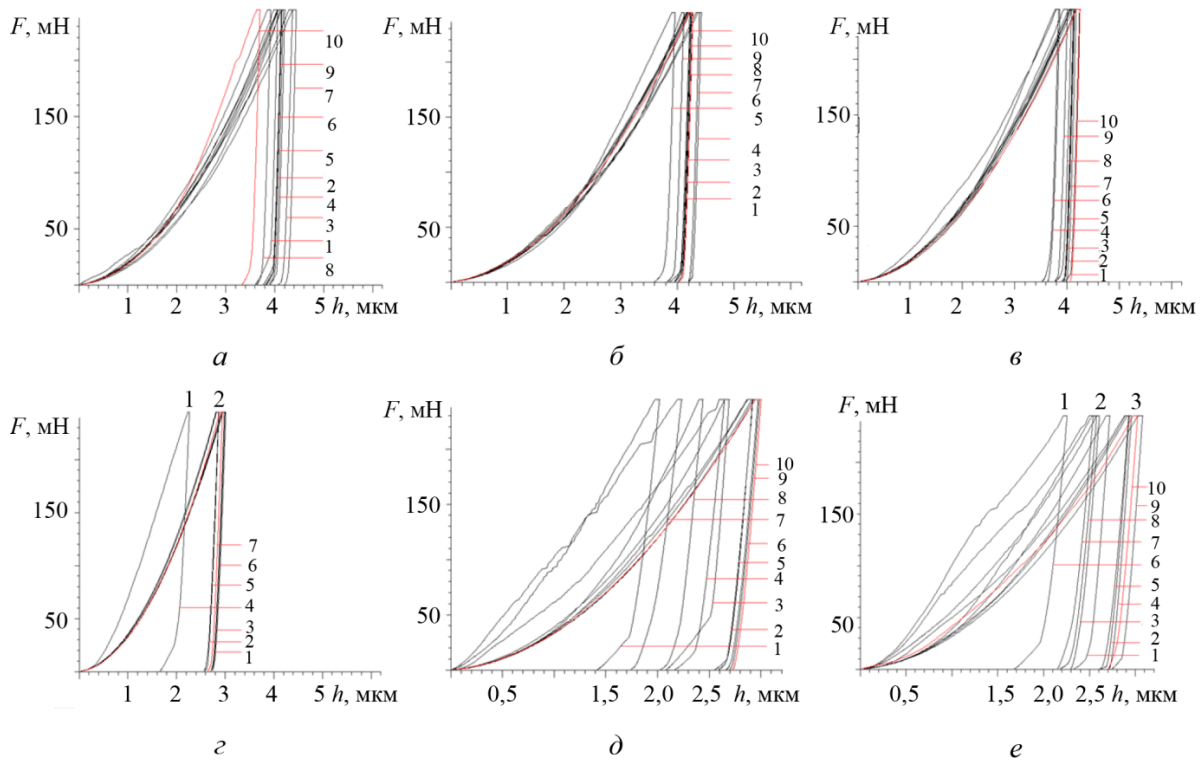


Рис. 10. Диаграммы нагружения выходного конца прессовок: сплав АД33 (а–в), сплав Д16 (г–е); центр (а, г), 1/2 радиуса (б, д), край (в, е)

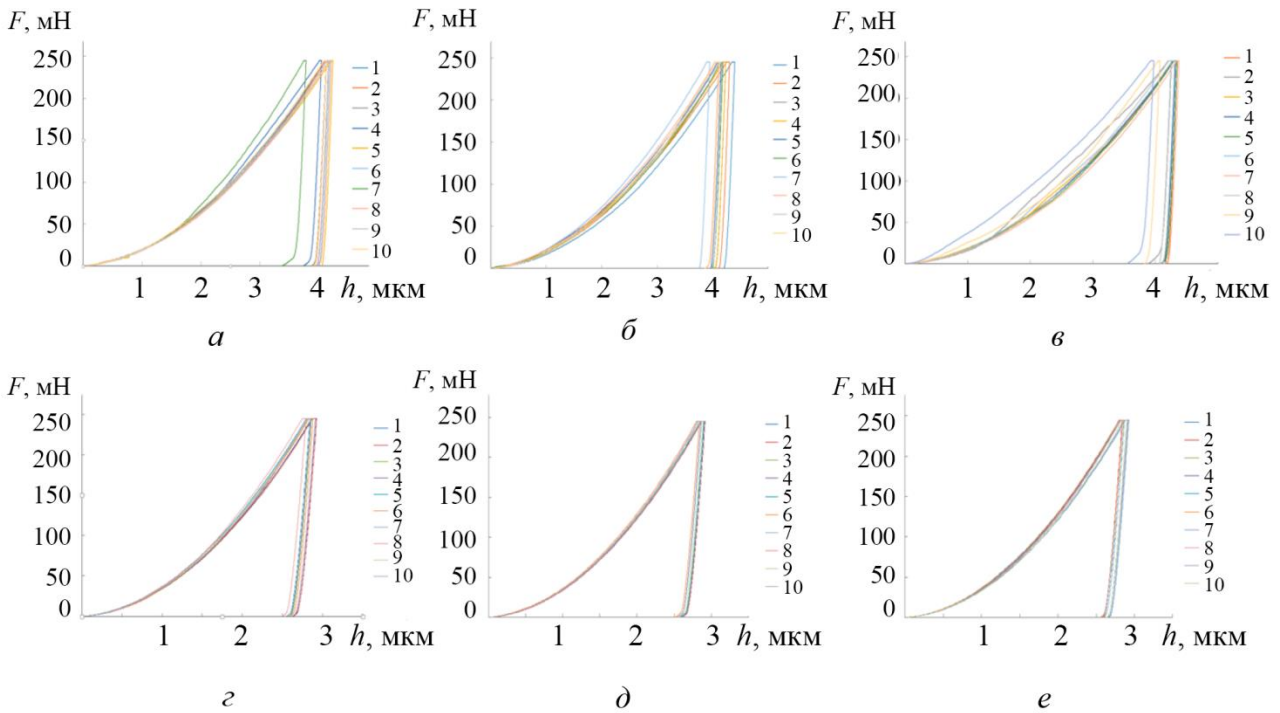


Рис. 11. Диаграммы нагружения средней части прессовок: сплав АД33 (а–в), сплав Д16 (z–e); центр (а, z), 1/2 радиуса (б, d), край (в, e)

Таблица 4

Микромеханические свойства алюминиевых сплавов АД33 и Д16 в литом состоянии и после прессования

Вид обработки	Место вырезки образца	Сплав	HV 0,025	H_{IT} , МПа	E^* , ГПа	R_e , %	ϕ , %	C_{IT} , %
Литой	центр	АД33	56	592	69	11	93	0,3
		Д16	99	1046	74	14	90	0,3
Прессование темплет 1	центр	АД33	56	592	80	7	94	0,5
		Д16	125	1193	85	15	88	1,0
	1/2 R	АД33	53	558	80	7	94	0,5
		Д16	150	1576	79	20	86	0,9
	край	АД33	57	600	84	7	94	0,4
		Д16	134	1420	82	17	88	0,5
Прессование темплет 2	центр	АД33	57	600	80	7	95	0,5
		Д16	119	1267	86	15	88	1,0
	1/2 R	АД33	54	570	83	7	94	1,5
		Д16	117	1240	83	15	89	2,0
	край	АД33	52	552	83	7	95	1,0
		Д16	119	1258	86	15	88	1,1

4. Заключение

Сравнительный анализ изменения микроструктуры, диаграмм нагружения, распределения показателей микромеханических свойств по сечению пресс-изделий из алюминиевых сплавов АД33 и Д16 и результатов EBSD-анализа показал, что метод микроиндентирования позволяет достоверно оценивать характер распределения деформаций по сечению прессованных заготовок из алюминиевых сплавов.

Исследованные сплавы отличаются по структуре и фазовому составу: сплав АД33 состоит из α -твердого раствора на основе алюминия, в котором растворены легирующие элементы, за счет чего произошло увеличение параметра его кристаллической решетки, а сплав Д16, кроме α -твердого раствора, параметр решетки которого близок чистому алюминию, содержит частицы S-фазы Al_2CuMg . В соответствии с этим микротвердость сплава АД33 составила в среднем 55 HV 0,1, а сплава Д16 – 120 HV 0,1.

Установлено, что в литом состоянии в сплавах АД33 и Д16 присутствуют как рекристаллизованные зерна, так и субструктура и деформированные зерна. Это обусловлено внутренними напряжениями, возникающими в слитках при неравномерном охлаждении сплавов по сечению после кристаллизации. Более деформирован в центральной части слитка сплав Д16: содержание деформированных зерен в нем примерно в 2 раза выше, чем в литом сплаве АД33, а рекристаллизованные зерна практически отсутствуют, хотя в обоих сплавах преобладает субструктура, образовавшаяся в результате полигонизации.

Выходные концы прутков, сформировавшиеся на нестационарной стадии прессования, характеризуются преобладанием субструктуры по всему поперечному сечению заготовок, что свидетельствует о преобладании процесса динамической полигонизации в алюминиевых сплавах на данном этапе прессования. Диаграммы нагружения и показатели микромеханических свойств распределены неравномерно по сечению прутка.

Середина пресс-изделий, сформировавшаяся на установившейся стадии прессования, характеризуется большим количеством деформированных зерен по всему поперечному сечению, особенно в случае сплава АД33. Диаграммы нагружения и показатели микромеханических свойств равномерно распределены по сечению прутка.

Таким образом, метод инструментального микроиндентирования может быть рекомендован к применению в производственных условиях наряду с уже используемыми методами контроля однородности прессования по макро- и микроструктуре.

Благодарность

Работа выполнена на оборудовании ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН в соответствии с государственным заданием ИМАШ УрО РАН.

Литература

1. Елагин В. И., Ливанов В. А. Алюминиевые сплавы. Структура и свойства полуфабрикатов из алюминиевых сплавов : справочник. – М. : Metallurgy, 1974. – 432 с.
2. Гун Г. Я., Яковлев В. И., Прудковский Б. А. Прессование алюминиевых сплавов. – М. : Metallurgy, 1974. – 362 с.
3. Ерманок М. З., Фейгин В. И., Сухоруков Н. А. Прессование профилей из алюминиевых сплавов. – М. : Metallurgy, 1977. – 263 с.
4. Кузьменко В. А. Прессование алюминиевых сплавов. – М. : Metallurgy, 1986. – 108 с.
5. Райтбарг Л. Х. Производство прессованных профилей. – М. : Metallurgy, 1984. – 264 с.

6. Перлин И. Л., Райтбарг Л. Х. Теория прессования металлов. – М. : Metallurgiya, 1975. – 448 с.
7. Колачев Б. А., Елагин В. И., Ливанов В. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. – М. : МИСИС, 2005. – 427 с.
8. Телешов В. В., Снегирева Л. А., Захаров В. В. О влиянии некоторых технологических факторов на структуру и свойства крупногабаритных прессованных полуфабрикатов // Технология легких сплавов. – 2022. – № 1. – С. 10–21. – DOI: 10.24412/0321-4664-2022-1-10-21.
9. Логинов Ю. Н., Дегтярева О. Ф. Влияние стадии распрессовки полого слитка из алюминиевого сплава на процесс последующего прессования // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. – 2007. – № 7. – С. 37–42.
10. Структурное состояние и деформации заготовки из алюминиевого сплава в начальной стадии прессования / Ю. Н. Логинов, А. В. Разинкин, Г. В. Шимов, Т. В. Мальцева, Н. И. Бушуева, Е. Г. Дымшакова, Н. А. Калинина // Известия вузов. Цветная металлургия. – 2023. – Т. 29, № 2. – С. 29–37. – DOI: 10.17073/0021-3438-2023-2-29-37.
11. Логинов Ю. Н., Антоненко Л. В. Изучение напряженно-деформированного состояния для предупреждения образования продольных трещин в прессованных трубах // Цветные металлы. – 2010. – № 5. – С. 119–122.
12. Данилин А. В., Данилин В. Н., Романцев Б. А. Прогнозирование вида структуры после прессования в изделиях из труднодеформируемых алюминиевых сплавов на основании результатов математического моделирования // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. – 2019. – № 1. – С. 26–38.
13. On radial microstructural variations, local texture and mechanical gradients after cold extrusion of commercially pure aluminum / N. Berndt, P. Frint, M. Bohme, S. Muller, M. F.-X. Wagner // Materials Science and Engineering: A. – 2022. – Vol. 850. – Art. 143496. – DOI: 10.1016/j.msea.2022.143496.
14. Hambli R., Badie-Levet D. Damage and fracture simulation during the extrusion processes // Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering. – 2000. – Vol. 186, iss. 1. – P. 109–120. – DOI: 10.1016/S0045-7825(99)00109-7.
15. Головин Ю. И. Наноиндентирование и его возможности. – М. : Машиностроение, 2009. – 312 с.
16. Petrzhik M. I., Levashov E. A. Modern methods for investigating functional surfaces of advanced materials by mechanical contact testing // Crystallography Reports. – 2007. – Vol. 52. – P. 966–974. – DOI: 10.1134/S1063774507060065.
17. Сопrotивление пластической деформации структурных составляющих сложнолегированной латуни / С. В. Смирнов, Н. Б. Пугачева, А. В. Тропотов, А. Н. Солошенко // Физика металлов и металловедение. – 2001. – Т. 91, № 2. – С. 106–111.
18. ISO 14577–1:2002. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Test method. – Part 1. – 2002.
19. Oliver W. C., Pharr J. M. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Journal of Materials Research. – 1992. – Vol. 7, iss. 6. – P. 1564–1583. – DOI: 10.1557/JMR.1992.1564.
20. Smirnov S. V., Smirnova E. O. A technique for determining coefficients of the “stress–strain” diagram by nanoscratch test results // Journal of Materials Research. – 2014. – Vol. 29. – P. 1730–1736. – DOI: 10.1557/jmr.2014.188.
21. Головин Ю. И. Зондовые нанотехнологии // Перспективные материалы. Структуры и методы исследования : учеб. пособие / под ред. Д. Л. Мерсона. – ТГУ, МИСиС, 2006. – С. 149–246 с. – Гл. 5.

22. Leyland A., Matthews A. On the significance of the H/E Ratio in wear control: a nanocomposite coating approach to optimized tribological behavior // *Wear*. – 2000. – Vol. 246. – P. 1–11. – DOI: 10.1016/S0043-1648(00)00488-9.
23. Effect of laser quenching and subsequent heat treatment on the structure and wear resistance of a cemented steel 20KhN3A / A. V. Makarov, L. G. Korshunov, I. Yu. Malygina, A. L. Osintseva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2007. – Vol. 103 (5). – P. 507–518. – DOI: 10.1134/S0031918X07050110.
24. Effect of liquid carburizing at lowered temperature on the micromechanical characteristics of metastable austenitic steel / R. A. Savrai, P. A. Skorynina, A. V. Makarov, A. L. Osintseva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2020. – Vol. 121 (10). – P. 1015–1020. – DOI: 10.1134/S0031918X20100105.
25. Structure and properties of a SHS Cu–Ti–C–B composite / N. B. Pugacheva, Y. V. Nikolin, T. M. Bykova, E. I. Senaeva // *Physics of Metals and Metallography*. – 2022. – Vol. 123. – P. 43–49. – DOI: 10.1134/S0031918X22010100.
26. Wilkinson A. J., Meaden G., Dingley D. J. High resolution elastic strain measurement from electron backscatter diffraction patterns: New levels of sensitivity // *Ultramicroscopy*. – 2006. – Vol. 106. – P. 303–313. – DOI: 10.1016/j.ultramicro.2005.10.001.
27. Quantification of strain fields and grain refinement in Ti-6Al-4V inter-pass rolled wire-arc AM by EBSD misorientation analysis / A. E. Davis, J. R. Hönnige, F. Martina, P. B. Prangnell // *Materials Characterization*. – 2020. – Vol. 170. – Art. 110673. – DOI: 10.1016/j.matchar.2020.110673.
28. Present state of electron backscatter diffraction and prospective developments / R. A. Schwarzer, D. P. Field, B. L. Adams, M. Kumar, A. J. Schwartz // *Electron Backscatter Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. – Berlin : Springer, 2009. – P. 1–20.
29. Arsenlis A., Parks D. Crystallographic aspects of geometrically-necessary and statistically-stored dislocation density // *Acta Materialia*. – 1999. – Vol. 47. – P. 1597–1611. – DOI: 10.1016/S1359-6454(99)00020-8.
30. Kamaya M., Wilkinson A. J., Titchmarsh J. M. Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy by electron backscatter diffraction // *Acta Materialia*. – 2006. – Vol. 54. – P. 539–548. – DOI: 10.1016/j.actamat.2005.08.046.
31. Maurice C., Fortunier R. A 3D Hough transform for indexing EBSD and Kossel patterns // *Journal of Microscopy*. – 2008. – Vol. 230. – P. 520–529. – DOI: 10.1111/j.1365-2818.2008.02045.x.
32. Русаков А. А. Рентгенография металлов. – М. : Атомиздат, 1977. – 480 с.
33. Миркин Л. И. Рентгеноструктурный контроль машиностроительных материалов. – М. : Машиностроение, 1979. – 134 с.
34. ISO 14577-2:2015. Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Verification and calibration of testing machines. – Part 2. – 2015.
35. Мальцев В. М. Металлография промышленных цветных металлов и сплавов. – М. : Металлургия, 1970. – 364 с.
36. Самсонов Г. В. Свойства элементов : справочник. Ч. 1 : Физические свойства. – М. : Металлургия, 1976. – 600 с.
37. Горелик С. С., Добаткин С. В., Капуткина Л. М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М. : МИСИС, 2005. – 432 с.

Received: 24.10.2023

Revised: 06.12.2023

Accepted: 29.12.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.065-077



IMPROVING THE PROCESS OF PRODUCING FORGED PIECES FOR POWER PARTS USED IN THE AVIATION INDUSTRY



Yu. V. Zamaraeva^{1,3, a), *}, A. V. Razinkin^{1, b)}, E. I. Buribaev^{1, 2, c)},
A. V. Ponomarev^{1, d)}, and E. G. Dymshakova^{1, e)}

¹Kamensk-Uralsky Metallurgical Works, JSC, 5 Zavodskaya St., Kamensk-Uralsky, 623405, Russia

²Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia



³M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia

a)  <https://orcid.org/0000-0002-2620-7064>  zamaraevajulia@yandex.ru;

b)  <https://orcid.org/0009-0006-2851-227X>  razinkinAV@kumz.ru;

c)  buribaevEI@kumz.ru;

d)  ponomarevAV@kumw.ru;

e)  <https://orcid.org/0009-0002-3846-2983>  dymshakovaEG@kumz.ru

*Corresponding author. E-mail: zamaraevajulia@yandex.ru

Address for correspondence: ul. Zavodskaya, 5, Kamensk-Uralsky, 623405, Russia
Tel.: +7 (950) 200-5679

Forged pieces made of the as-delivered 1933 alloy for aircraft power units are important semi-finished products manufactured by the Kamensk-Uralsky Metallurgical Works JSC. The production of these parts is challenging due to the variation of their mechanical properties over the volume. Our goal is to find ways of stabilizing and improving the mechanical properties of forged pieces of this type. The simulation of the die-forging of a typical part reveals a 21 % difference in the accumulated amount of strain over the volume of the finished forged parts. Despite the uneven distribution, the minimum strain is sufficient to obtain the required mechanical properties. Estimating the mean normal stress over the volume of a forged piece, we have concluded that it is below the threshold level that ensures that this part is produced without cracking or failure. Experiments have shown that an increase in the holding time in aging stage I and a decrease in stage II result in an increase in the mechanical properties of the product and their uniform distribution depending on the direction.

Keywords: the 1933 aluminum alloy, die-forging, finite element method, heat treatment, aging

Acknowledgment

The research was carried out as part of the state assignment (theme Pressure, No. 122021000032-5).

References

1. Fridlyander, I.N. *Alyuminiyevye deformiruemye konstruktsionnye splavy* [Aluminum Deformable Structural Alloys]. Metallurgy Publ., Moscow, 1979, 209 p. (In Russian).
2. Fridlyander, I.N. Aluminum alloys in aircraft in the periods of 1970–2000 and 2001–2015. *Tekhnologiya Legkikh Splavov*, 2002, 4, 12–17. (In Russian).
3. Antipov, V.V., Klochkova, Yu.Yu., and Romanenko, V.A. Modern aluminum and aluminum-lithium alloys. *Aviatsionnye Materialy i Tekhnologii*, 2017, 5, 195–211. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-S-195-211. (In Russian).

4. Kablov, E.N., Grinevich, A.V., Lutsenko, A.N., Erasov, V.S., Nuzhnyi, G.A., and Gulina, I.V. Study of the fracture kinetics in structural aluminum alloys subjected to a long-term action of a static load and a corrosive medium using specimens of a new type. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2017, 2017, 350–355. DOI: 10.1134/S0036029517040073.
5. Fridlyander, I.N., Tkachenko, E.A., Senatorova, O.G., and Molostova, I.I. Development and application of high-strength alloys of the Al-Zn-Mg-Cu system for aerospace engineering. In: *75 let. Aviatsionnyye Materialy. Izbrannyye trudy «VIAM» 1932–2007. Yubil. Nauch.-Tekhnich. Sb.* [Aeronautical Materials. VIAM Selected Proceedings of 1932–2007: Jubilee Scientific and Technical Collection Dedicated to the 75th Anniversary]. VIAM Publ., Moscow, 2007, pp. 155–163. (In Russian).
6. Nechaykina, T.A., Blinova, N.E., Ivanov, A.L., Kozlova, O.Yu., and Kozhekin, A.E. Research of the effect of homogenization and quench hardening modes on the structure and mechanical properties of retail rings from alloy V95O.CH.–T2. *Trudy VIAM*, 2018, 10, 27–36. (In Russian).
7. Bachurin, A.S., Bobin, K.N., Matveev, K.A., and Kurlaev, N.V. Residual deformation of aircrafts aluminum parts at hardening. *Siberian Aerospace Journal*, 2013, 14 (3), 119–123. (In Russian).
8. Nechaykina, T.A., Oglovkov, M.S., Ivanov, A.L., Kozlova, O.Yu., Yakovlev, S.I., and Shlyapnikov, M.A. Features of hardening of wide cladding sheets from V95P.CH. aluminum alloy on a continuous heat treatment line. *Trudy VIAM*, 2021, 11, 25–33. (In Russian).
9. Vakhromov, R.O., Tkachenko, E.A., Popova, O.I., and Milevskaya, T.V. Summarizing of the experience of usage and optimization of manufacturing technology semi-finished products of high strength aluminum alloy 1933 for the primary structures of modern aircrafts. *Aviatsionnyye Materialy i Tekhnologii*, 2014, 2, 34–39. (In Russian).
10. Astashkin, A.I., Babanov, V.V., Selivanov, A.A., and Tkachenko, E.A. Structure and properties of massive forgings with a reduced level of residual stresses made of aluminum alloy 1933sb of balanced composition. *Trudy VIAM*, 2021, 7 (101), 13–21. DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-7-13-21. (In Russian).
11. Li, P., Xiong, B., Zhang, Y., Li, Z., Zhu, B., Wang, F., and Liu, H. Quench sensitivity and microstructure character of high strength AA7050. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012, 22 (2), 268–274. DOI: 10.1016/S1003-6326(11)61170-9.
12. Zhang, X., Liu, W., Liu, S., and Zhou, M. Effect of processing parameters on quench sensitivity of an AA7050 sheet. *Materials Science and Engineering, A*, 2011, 528 (3), 795–802. DOI: 10.1016/j.msea.2010.07.033.
13. Li, X.M. and Starink, M.J. Identification and analysis of intermetallic phases in overaged Zr-containing and Cr-containing Al–Zn–Mg–Cu alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2011, 509 (2), 471–476. DOI: 10.1016/j.jallcom.2010.09.064.
14. Marlaud, T., Deschamps, A., Bley, F., Lefebvre, W., and Baroux, B. Influence of alloy composition and heat treatment on precipitate composition in Al–Zn–Mg–Cu alloys. *Acta Materialia*, 2010, 58 (1), 248–260. DOI: 10.1016/j.actamat.2009.09.003.
15. Vakhromov, R.O., Tkachenko, E.A., Lukina, E.A., and Selivanov, A.A. Influence of homogenization annealing on structure and properties of ingots from 1933 alloy of Al–Zn–Mg–Cu system. *Trudy VIAM*, 2015, 11, 3–11. DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-11-2-2. (In Russian).
16. Galkin, V.I., Golovkina, M.G. Investigation of the effect of hof die forging conditions on formation of mechanical properties of aluminium alloy products. *Tekhnologiya Legkikh Splavov*, 2016, 1, 138–143. (In Russian).
17. Vlasov, A.V., Stebunov, S.A., Evsyukov, S.A., Biba, N.V., Shitikov, A.A., ed. by A.V. Vlasova. *Konechno-elementnoe modelirovanie tekhnologicheskikh protsessov kovki i obyemnoy shtampovki* [Finite Element Modeling of Technological Processes of Forging and Die Forging: Textbook]. Izd-vo MGTU im. N.E. Bauman Publ., Moscow, 2019, 384 p. (In Russian).

18. Elagin, V.I., Zakharov, V.V., and Dritz, A.M. *Struktura i svojstva splavov sistemy Al–Zn–Mg* [Structure and Properties of Alloys of the Al–Zn–Mg System]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1982, 224 p. (In Russian).

Подана в журнал: 24.10.2023

УДК 621.7.043

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.065-077



УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ШТАМПОВОК ДЛЯ СИЛОВЫХ ДЕТАЛЕЙ АВИАЦИОННОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ



Ю. В. Замараева^{1, 3, а), *}, А. В. Разинкин^{1, б)}, Э. И. Бурибаев^{1, 2 в)},
А. В. Пономарев^{1, г)}, Е. Г. Дымшакова^{1, д)}

¹ОАО «Каменск-Уральский металлургический завод», ул. Заводская, 5, Каменск-Уральский, 623405, Россия

²Уральский федеральный университет, ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002, Россия



³Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Софьи Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620137, Россия

а)  <https://orcid.org/0000-0002-2620-7064>  zamaraevajulia@yandex.ru;

б)  <https://orcid.org/0009-0006-2851-227X>  razinkinAV@kumz.ru;

в)  buribaevEI@kumz.ru;

г)  ponomarevAV@kumw.ru;

д)  <https://orcid.org/0009-0002-3846-2983>  dymshakovaEG@kumz.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: zamaraevajulia@yandex.ru

Адрес для переписки: ул. Заводская, 5, Каменск-Уральский, 623405, Россия

Тел.: +7 (950) 200-56-79

В условиях ОАО «КУМЗ» важным полуфабрикатом являются штамповки из сплава 1933 в состоянии поставки Т2 для силовых узлов самолетов. Проблема производства таких деталей заключается в нестабильности уровня механических свойств по их объему. Цель работы – поиск путей стабилизации и повышения уровня механических свойств штамповок данного типа. Посредством моделирования процесса штамповки типовой детали установлено, что уровень накопленной степени деформации по объему готовой штамповки имеет разницу значений 21 %, что говорит о неравномерном распределении, однако минимального уровня деформации достаточно для получения требуемых механических свойств. Оценка среднего нормального напряжения по объему штамповки позволила установить, что оно имеет отрицательные значения уровня, обеспечивающего производство данной детали без трещин и разрушений. Экспериментальным путем установлено, что увеличение времени выдержки I ступени старения и его уменьшение на II ступени приводит к повышению уровня механических свойств исследуемой штамповки, а кроме того, к их равномерному распределению в зависимости от направления.

Ключевые слова: алюминиевый сплав 1933, штамповка, метод конечных элементов, термическая обработка, старение

1. Введение

Алюминиевые сплавы на базе системы Al–Zn–Mg–Cu занимают доминирующее положение в конструкциях авиакосмической техники благодаря удачному сочетанию свойств, а именно высокой прочности, вязкости разрушения, сопротивления усталости и коррозионной стойкости [1–4]. Одним из распространенных сплавов данной системы является высокопрочный сплав 1933, предназначенный для изготовления крупногабаритных кованых и пресованных полуфабрикатов, применяемых в деталях внутреннего силового набора (фитинги, шпангоуты, лонжероны) [5].

Следует отметить, что исследование и оптимизация режимов термической обработки (т/о) сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu, в том числе сплава 1933, является актуальной задачей

для многих авторов [6–11]. Например, в работах [12–15] показано, что при увеличении продолжительности гомогенизации слитков из сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu средний размер дисперсоидов может достигать 30–40 нм. С увеличением размера дисперсоидов уменьшается их когерентность к матрице, вследствие чего они становятся центрами гетерогенного зарождения фазы MgZn₂ в процессе распада пересыщенного твердого раствора при низкой скорости охлаждения при закалке. Авторами работы [16] изложено исследование влияния гомогенизации на растворение избыточных неравновесных фаз в слитке из сплава 1933. Установлено, что наиболее интенсивно диффузионные процессы растворения протекают в первые 12 ч после начала гомогенизации, что обеспечивает уменьшение на 40–55 % объемной доли интерметаллидных фаз (режимы 460 °С, 4 ч и 465 °С, 12 ч).

В условиях ОАО «КУМЗ» из сплава 1933 в состоянии поставки Т1, Т2 и Т3 производят штамповки, поковки и прессовую продукцию. Одними из важных изготавливаемых полуфабрикатов являются штамповки сложной формы для силовых деталей авиационной промышленности в состоянии поставки Т2 (далее – типовая штамповка). Известно, что при штамповке таких деталей формируются зоны с различной степенью деформации и структурой, а как следствие, и с различными механическими свойствами [17]. Поэтому основной проблемой производства типовых штамповок в условиях ОАО «КУМЗ» является нестабильность уровня механических свойств по их объему.

Целью работы является поиск путей стабилизации и повышения уровня механических свойств типовых штамповок по их объему.

2. Материалы и методы

В данной работе исследовали типовые штамповки в состоянии поставки Т2 из алюминиевого сплава 1933, изготовленные в производственных условиях ОАО «КУМЗ» согласно технологической схеме, представленной на рис. 1.

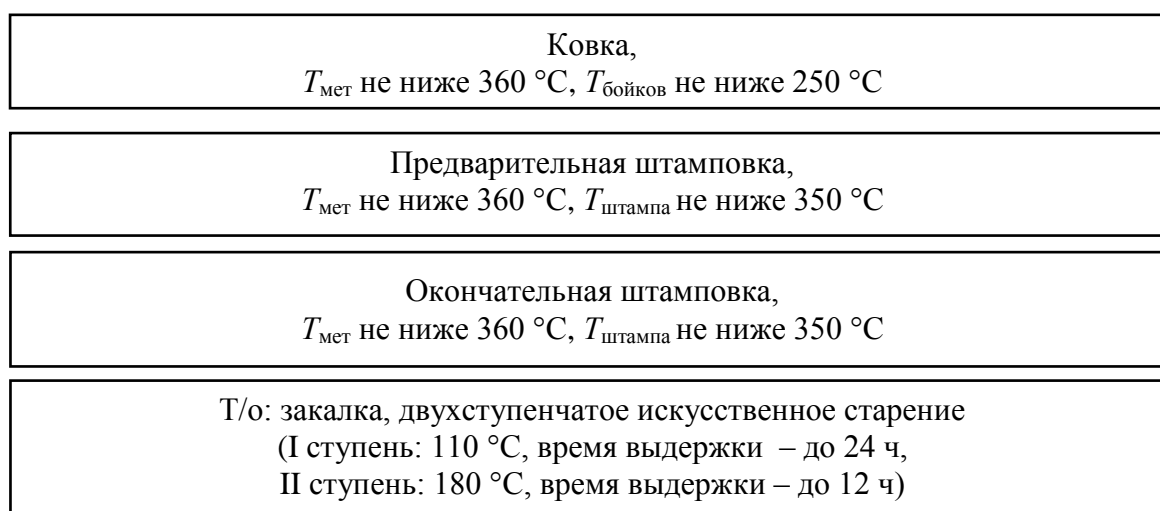


Рис. 1. Основные операции технологической схемы производства типовых штамповок

Химический состав сплава 1933 по ОСТ 1-90026-80 приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав сплава 1933

Марка сплава	Химический состав, %									Прочие	
	Кремний, Si	Железо, Fe	Медь, Cu	Марганец, Mn	Магний, Mg	Хром, Cr	Титан, Ti	Цинк, Zn	Цирконий, Zr	Каждый	Всего
1933	0,10	0,15	0,8–1,2	0,1	1,6–2,2	0,05	0,05	6,2–7,0	0,1–0,18	0,05	0,1
Примечание: алюминий – остальное											

Следует указать, что при производстве данных штамповок по классической технологической схеме (рис. 1), где режимы т/о соответствуют ПИ 1.2.699-2007, в практике ОАО «КУМЗ» часто недостаточной согласно ОСТ 1 90297-85 является их характеристика пластичности – относительное удлинение (δ). Поэтому, с целью стабилизации распределения и повышения δ , а также временного сопротивления, условного предела текучести и твердости, принято решение исследовать распределение накопленной степени деформации и среднего нормального напряжения по объему типовой штамповки посредством моделирования, а также режимы ее т/о, а именно время выдержки I и II ступеней искусственного старения, с последующим изучением механических свойств и структуры образцов.

Моделирование процесса штамповки осуществляли в программном комплексе QForm (Россия).

Изучению механических свойств подлежали темплеты, отобранные от штамповок разных партий, при разных значениях времени выдержки I и II ступеней искусственного старения (рис. 2).

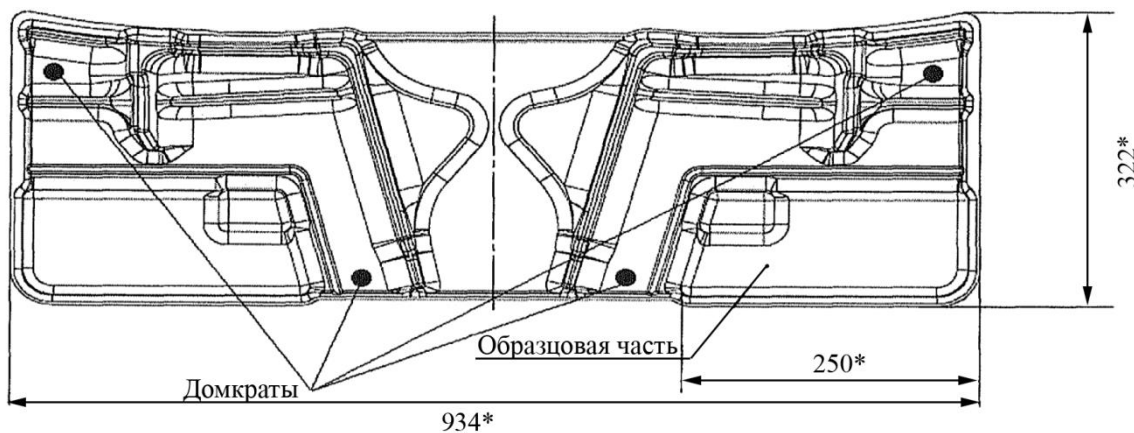


Рис. 2. Схема вырезки темплета от исследуемой штамповки

3. Ход и результаты работы

Первым этапом работы, вследствие влияния неравномерности деформационной обработки на характер распределения механических свойств, является оценка накопленной степени деформации по объему штамповки посредством моделирования в программном комплексе QForm.

Моделирование осуществлено согласно основным операциям технологической схемы производства данного вида штамповок (рис. 1).

В качестве материала для моделирования использовали алюминиевый сплав 7020 как наиболее сопоставимый материалу реального эксперимента. Модельный материал выбран из базы QForm, куда занесены его упругие свойства и кривые сопротивления деформации.

Тип задачи – изотермическая. Среда материала – пластическая.

Заготовка для первой операции технологической схемы производства данной штамповки («ковка») согласно производственным данным представлена в виде цилиндра диаметром 250 мм, высотой 460 мм. Температура нагрева металла и инструмента в операциях соответствует производственным данным. Фактор трения (закон Леванова) в операциях, с учетом применяемой смазки и экспериментальных данных ОАО «КУМЗ», назначен на уровне 0,3.

На рис. 3 с целью проверки адекватности созданной модели при расчете представлено сравнение макроструктуры образца (рис. 3 а), отобранного от готовой штамповки, и распределения линий Лагранжа в аналогичном сечении штамповки (рис. 3 б) после операции «окончательная штамповка», полученного после моделирования.

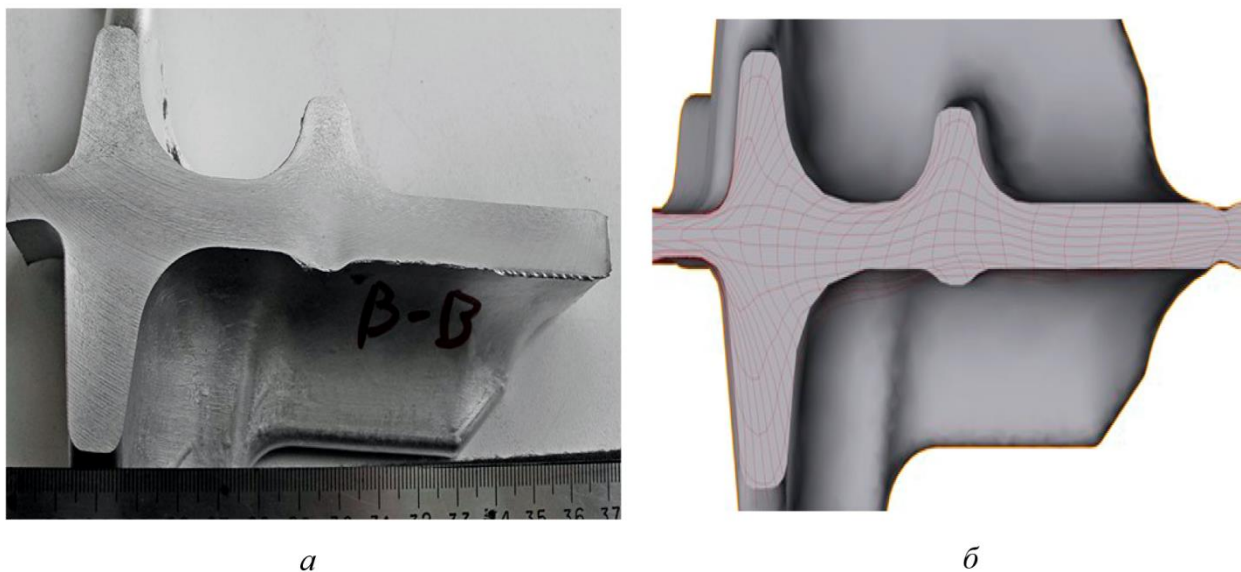


Рис. 3. Макроструктура образца (а) и распределение линий Лагранжа в аналогичном сечении штамповки (б) после операции «окончательная штамповка»

Сравнив макроструктуру образца и распределение линий Лагранжа, можно установить их однообразность. Таким образом, разработанный алгоритм создания модели, а также параметры моделирования (кривые упрочнения, граничные условия трения, параметры инструмента и заготовки и др.) соответствуют реальному процессу.

На рис. 4 представлена модель штамповки с распределением накопленной степени деформации после операции «окончательная штамповка» с учетом всех операций технологической схемы производства данной детали.

Здесь видно, что максимум степени деформации достигает 10, а минимум – 5,5, однако зона максимальных значений попадает в облой, а основной металл штамповки имеет максимальное значение степени деформации 7. Таким образом, разница значений максимума и минимума основного металла штамповки составляет 21 %, что говорит о неравномерном распределении степени деформации, однако ее уровня достаточно для получения требуемых по стандарту механических свойств.

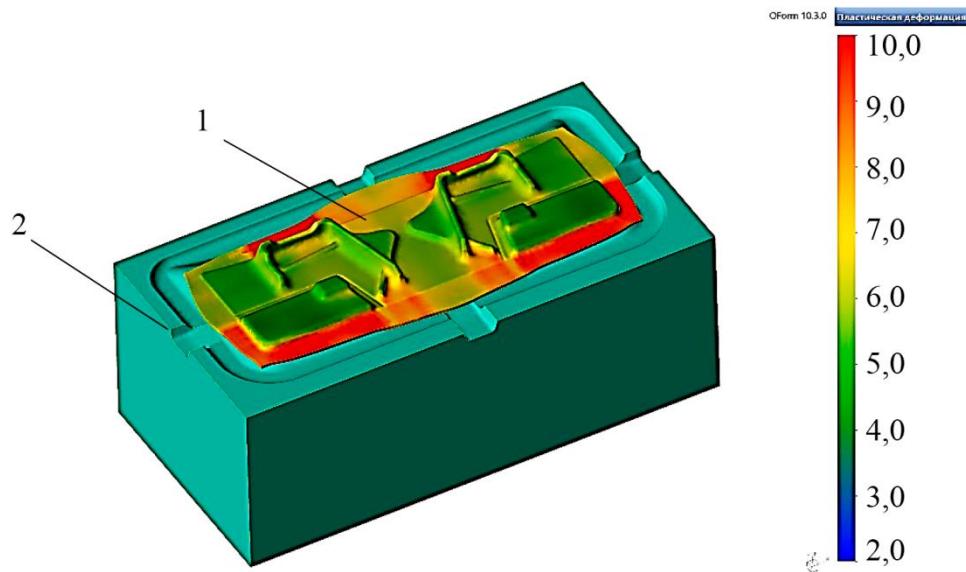


Рис. 4. Модель штамповки с распределением накопленной степени деформации после операции «окончательная штамповка» с учетом всех операций технологической схемы производства данной детали: 1 – штамповка, 2 – штамп

На рис. 5 представлена модель штамповки с распределением среднего нормального напряжения после операции «окончательная штамповка».

Здесь видно, что среднее нормальное напряжение по объему штамповки имеет отрицательные значения, достигая максимальной величины -700 МПа. Наличие отрицательных напряжений является одной из причин, обеспечивающих получение данных штамповок без трещин и разрушений того или иного вида [18]. Положительные средние нормальные напряжения возникают в зоне обрезки облоя, что не критично в данном случае.

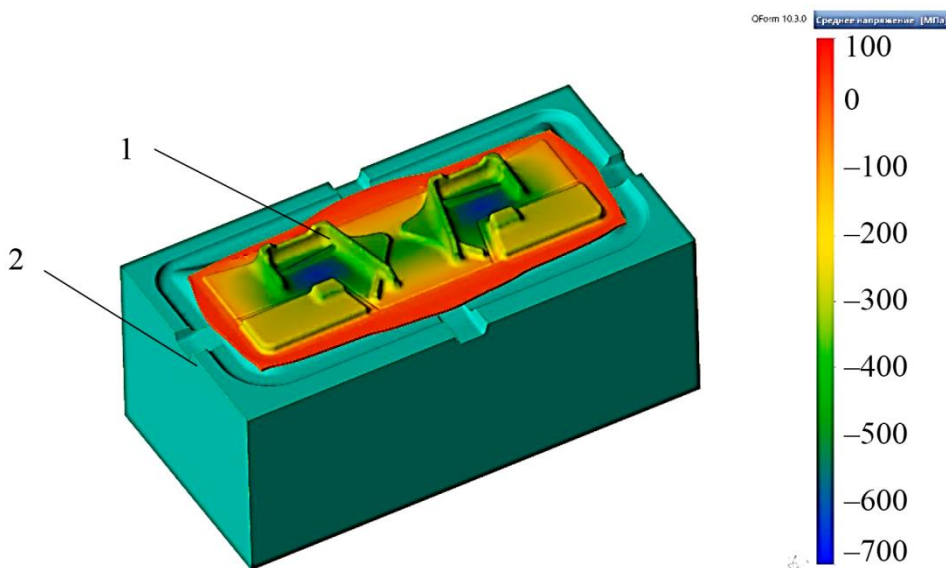


Рис. 5. Модель штамповки с распределением среднего нормального напряжения после операции «окончательная штамповка»: 1 – штамповка, 2 – штамп

Таким образом, с точки зрения схемы деформации данный процесс не имеет значительных недостатков, и стабилизировать уровень механических свойств по объему штамповки посредством ее корректировки будет экономически нецелесообразно. Поэтому принято

решение усовершенствовать режимы термической обработки, а именно время выдержки I и II ступеней старения. Следует отметить, что усовершенствование термической обработки проходило в условиях центральной заводской лаборатории, для чего от пяти штамповок разных партий отобрано по одному темплету (рис. 6). Темплеты проходили т/о согласно ПИ 1.2.699-2007 в равных условиях.



а

б

Рис. 6. Фотография штамповки, от которой отобрали темплет (а); фотография темплета (б)

Требуемые ОСТ 1 90297-85 механические свойства в зависимости от направления, выступающие критерием годности режима т/о, варьируемые режимы времени выдержки I и II ступеней старения, а также значения механических свойств в зависимости от направления для темплетов после испытаний представлены в табл. 2.

На рис. 7 данные табл. 2 представлены графически.

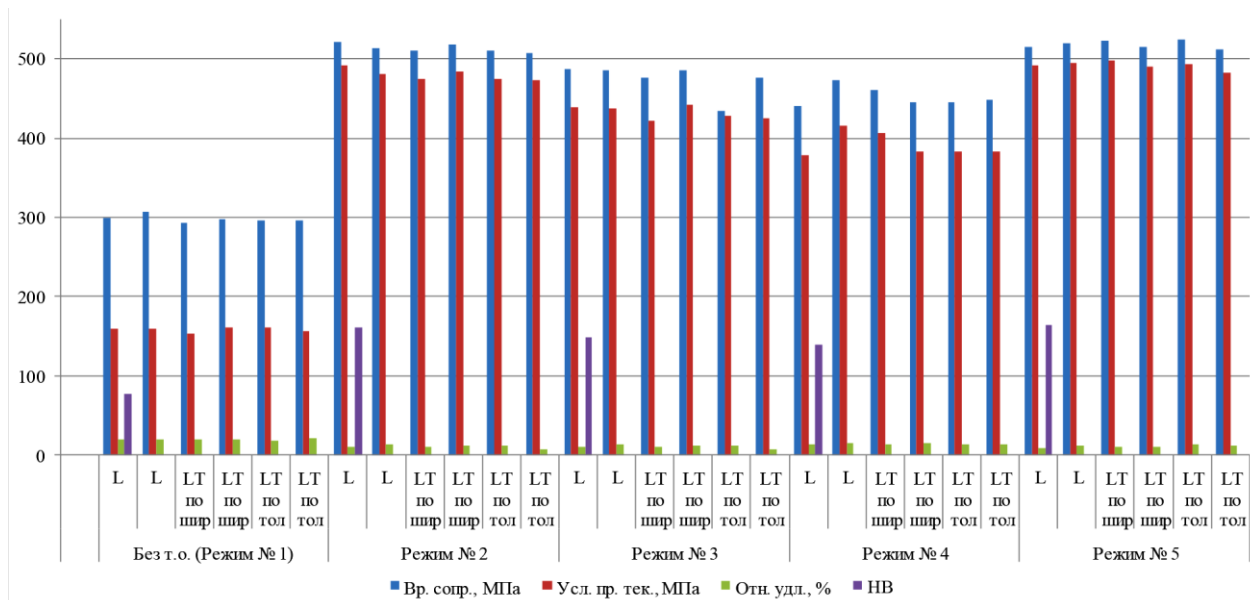


Рис. 7. Диаграмма, отражающая уровень механических свойств (МПа) в зависимости от времени выдержки I и II ступени старения

Таблица 2

Сравнение механических свойств темплета в зависимости от времени выдержки I и II ступеней старения

№ режима	Режим термообработки	Напр.	Вр. сопр., МПа	Усл. пр. тек., МПа	Отн. удл., %	НВ
ОСТ 1 90297-85		L	500–578	440–530	≥7	≥120
		LT	470–550	430–510	≥5	
		ST	460–530	–	≥2,5	
1.	Без т/о	L	300	160	19,5	77,2
		L	307	159	19,5	
		LT	294	154	19,6	
		LT	298	161	19,6	
		ST	297	161	17,9	
		ST	297	157	21,2	
2.	Старение: I ступень – выдержка 12 ч, II ступень – выдержка 5 ч	L	521	492	10,1	161
		L	514	481	13,8	
		LT	511	475	11,1	
		LT	519	485	11,6	
		ST	511	475	11,6	
		ST	507	473	6,6	
3.	Старение: I ступень – выдержка 12 ч, II ступень – выдержка 10 ч	L	487	440	10,1	148
		L	486	437	13,8	
		LT	476	423	11,1	148
		LT	486	442	11,6	
		ST	435	428	11,6	
		ST	477	426	6,6	
4.	Старение: I ступень – выдержка 12 ч, II ступень – выдержка 20 ч	L	441	378	13,7	139
		L	473	416	14,4	
		LT	461	406	13,6	
		LT	446	384	14,8	
		ST	446	384	13,7	
		ST	448	384	13	
5.	Старение: I ступень – выдержка 20 ч, II ступень – выдержка 5 ч	L	515	492	9,3	165
		L	520	495	12,5	
		LT	524	499	10,7	
		LT	516	490	10,2	
		ST	525	493	13,2	
		ST	513	483	12	

Здесь видно, что режим № 5 показал себя как оптимальный с позиции повышенного уровня значений механических свойств в зависимости от направления. Применение данного режима позволило не только выполнить требования ОСТ 1 90297-85, но и обеспечить запас механических свойств. Кроме того, режим № 5 позволил компенсировать неравномерность распределения степени деформации. Разница значений временного сопротивления в зависи-

мости от направления составила не более 0,5 %, условного предела текучести – 1,3 %, относительного удлинения – 17 %.

На рис. 8 представлена микроструктура темплета, термообработанного по режиму № 5 согласно табл. 2.

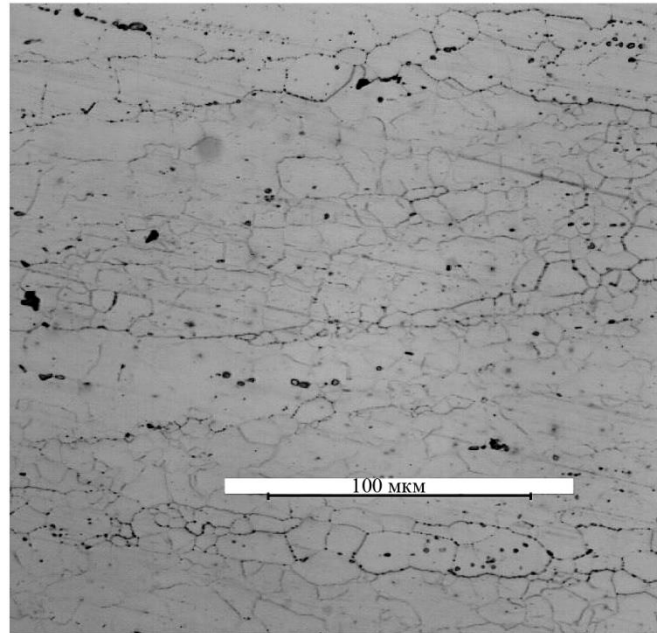


Рис. 8. Микроструктура темплета, термообработанного по режиму № 5 согласно табл. 2

Видно, что структура неоднородная бимодальная, со средним размером зерна 12 ± 1 мкм. Пористости на границах не обнаружено, наблюдаются мелкие рекристаллизованные зерна со средним размером 7 ± 1 мкм и крупные зерна удлиненной формы со средним размером 20 ± 1 мкм, что характерно для промышленных полуфабрикатов из сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu [18].

4. Заключение

По результатам проделанной работы сделаны выводы относительно распределения накопленной степени деформации, среднего напряжения и режимов термической обработки типовых штамповки из сплава 1933.

Посредством оценки компьютерной модели, соответствие реальному процессу которой подтверждено путем сравнения макроструктуры образца и распределения линий Лагранжа в аналогичном сечении штамповки, полученного после моделирования, установлено, что уровень накопленной степени деформации исследуемой детали после операции «окончательная штамповка» составляет 5,5–7, разница значений составляет 21 %, что говорит о неравномерном распределении. Однако уровня накопленной степени деформации достаточно для получения требуемых по стандарту механических свойств.

Посредством моделирования оценено распределение среднего нормального напряжения. Выявлено, что по объему штамповки оно имеет отрицательные значения уровня, достаточного для получения данной детали без трещин и разрушений того или иного вида.

Исследование времени выдержки I и II ступеней старения позволило определить его оптимальное сочетание значений, позволяющее получить требуемые механические свойства в зависимости от направления согласно ОСТ 1 90297-85, а также компенсировать неравномерность распределения степени деформации и получить достаточно равномерное распределение механических свойств в зависимости от направления (разница значений временного

сопротивления в зависимости от направления составила не более 0,5 %, условного предела текучести – 1,3 %, а относительного удлинения – 17 %). Кроме того, установлено, что увеличение времени выдержки I ступени старения и его уменьшение на II ступени приводит к повышению уровня механических свойств данной штамповки.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Давление» № 122021000032-5.

Литература

1. Фридляндер И. Н. Алюминиевые деформируемые конструкционные сплавы. – М. : Металлургия, 1979. – 209 с.
2. Фридляндер И. Н. Алюминиевые сплавы в летательных аппаратах в периоды 1970–2000 и 2001–2015 гг. // Технология легких сплавов. – 2002. – № 4. – С. 12–17.
3. Антипов В. В., Ключкова Ю. Ю., Романенко В. А. Современные алюминиевые и алюминий-литиевые сплавы // Авиационные материалы и технологии. – 2017. – № 5. – С. 195–211.
4. Исследование кинетики разрушения конструкционных алюминиевых сплавов при длительном воздействии статической нагрузки и коррозионной среды с использованием образца нового типа / Е. Н. Каблов, А. В. Гриневиц, А. Н. Луценко, В. С. Ерасов, Г. А. Нужный, И. В. Гулина // Деформация и разрушение материалов. – 2016. – № 10. – С. 42–48.
5. Развитие и применение высокопрочных сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu для авиакосмической техники / И. Н. Фридляндер, Е. А. Ткаченко, О. Г. Сенаторова, И. И. Молостова // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007 : юбилейный науч.-технич. сб. – М. : ВИАМ, 2007. – С. 155–163.
6. Исследование влияния режимов гомогенизации и закалки на структуру и механические свойства раскатных колец из сплава В95о.ч.-Т2 / Т. А. Нечайкина, Н. Е. Блинова, А. Л. Иванов, О. Ю. Козлова, А. Е. Кожекин // Труды ВИАМ. – 2018. – № 10. – С. 27–36.
7. Влияние закалки на остаточные деформации деталей летательных аппаратов из алюминиевых сплавов / А. С. Бачурин, К. Н. Бобин, К. А. Матвеев, Н. В. Курлаев // Сибирский аэрокосмический журнал. – 2013. – № 3 (49). – С. 119–123.
8. Особенности закалки широких обшивочных плакированных листов из алюминиевого сплава В95п.ч. на линии непрерывной термической обработки / Т. А. Нечайкина, М. С. Оглодков, А. Л. Иванов, О. Ю. Козлова, С. И. Яковлев, М. А. Шляпников // Труды ВИАМ. – 2021. – № 11. – С. 25–33.
9. Обобщение опыта применения и оптимизация технологии изготовления полуфабрикатов их высокопрочного алюминиевого сплава 1933 для силовых конструкций современной авиационной техники / Р. О. Вахромов, Е. А. Ткаченко, О. И. Попова, Т. В. Милевская // Авиационные материалы и технологии. – 2014. – № 2. – С. 34–39.
10. Структура и свойства массивных поковок с пониженным уровнем остаточных напряжений из алюминиевого сплава 1933сб сбалансированного состава / А. И. Асташкин, В. В. Бабанов, А. А. Селиванов, Е. А. Ткаченко // Труды ВИАМ. – 2021. – № 7 (101). – С. 13–21. – DOI: 10.18577/2307-6046-2021-0-7-13-21.
11. Quench sensitivity and microstructure character of high strength AA7050 / P. Li, B. Xiong, Y. Zhang, Z. Li, B. Zhu, F. Wang, H. Liu // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. – 2012. – Vol. 22 (2). – P. 268–274. – DOI: 10.1016/S1003-6326(11)61170-9.
12. Effect of processing parameters on quench sensitivity of an AA7050 sheet / X. Zhang, W. Liu, S. Liu, M. Zhou // Materials Science and Engineering, A. – 2011. – Vol. 528 (3). – P. 795–802. – DOI: 10.1016/j.msea.2010.07.033.

13. Li X. M., Starink M. J. Identification and analysis of intermetallic phases in overaged Zr-containing and Cr-containing Al–Zn–Mg–Cu alloys // *Alloys Compd.* – 2011. – Vol. 509 (2). – P. 471–476. – DOI: 10.1016/j.jallcom.2010.09.064.
14. Influence of alloy composition and heat treatment on precipitate composition in Al–Zn–Mg–Cu alloys / T. Marlaud, A. Deschamps, F. Bley, W. Lefebvre, B. Baroux // *Acta Materialia.* – 2010. – Vol. 58 (1). – P. 248–260. – DOI: 10.1016/j.actamat.2009.09.003.
15. Влияние гомогенизационного отжига на структуру и свойства слитков из сплава 1933 системы Al–Zn–Mg–Cu / Р. О. Вахромов, Е. А. Ткаченко, Е. А. Лукина, А. А. Селиванов // *Труды ВИАМ.* – 2015. – № 11. – С. 3–11.
16. Галкин В. И., Головкина М. Г. Исследование влияния условий объемной горячей штамповки на формирование механических свойств изделий из алюминиевых сплавов // *Технология легких сплавов.* – 2016. – № 1. – С. 138–143.
17. Конечно-элементное моделирование технологических процессовковки и объемной штамповки: учебное пособие / А. В. Власов, С. А. Евсюков, С. А. Стебунов, Н. В. Биба, А. А. Шитиков. – Москва : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2019. – 383 с.
18. Елагин В. И., Захаров В. В., Дриц М. М. Структура и свойства сплавов системы Al–Zn–Mg. – Москва : Металлургия, 1982. – 224 с.

Received: 31.10.2023

Revised: 11.12.2023

Accepted: 29.12.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.078-089



FRACTURE BEHAVIOR OF GRID STRUCTURES WITH PERIODIC AND QUASIPERIODIC DESIGNS



I. S. Kamantsev^{1, a),*}, A. I. Golodnov^{2, b)}, M. R. Sukhova^{1, 2, c)},
O. Yu. Kornienko^{2, d)}, and S. V. Belikov^{2, 3, e)}



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



²*Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia*



³*M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620108, Russia*

a)  <https://orcid.org/0000-0003-0775-4043>  ks@imach.uran.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0003-2958-310X>  A.I.Golodnov@urfu.ru;

c)  <https://orcid.org/0000-0003-0896-3090>  marinas@imach.uran.ru;

d)  <https://orcid.org/0009-0002-3336-7071>  o.j.kornienko@urfu.ru;

e)  <https://orcid.org/0000-0002-4732-1448>  s.v.belikov@urfu.ru

*Corresponding author. E-mail: ks@imach.uran.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russia

Tel.: +7 (343) 374-4725; fax: +7 (343) 374-5330

The failure of grid structures with periodic and quasi-periodic designs under uniaxial compression is investigated. The quasi-periodic cellular structure is built on the principles of biomimicry. Structures characteristic of living nature are used as a prototype. A honeycomb is the prototype for the periodic structure, and the quasiperiodic structure is built with regard to the geometric principles of the skeleton of *Aphrocallistes* sp. (a sea sponge). It has been found that there is a 24 % increase in effective work spent on the first act of the failure of the object with uniaxial compression in structures with elementary components – imperfect elements that distinguish them from hexagons (the angle between the sides, the size and shape of the cells). The correlation of the failure pattern of the grid structures with periodic and quasiperiodic designs to the amount of work spent on the complete failure of the samples has been established. It has been revealed that, for the samples with a periodic structure, the first act of failure is characterized by the main failure of the intermodal membranes along the entire perimeter, i.e. that it is one-dimensional sequential annular failure. The samples with a quasi-periodic structure are characterized by two-dimensional failure, i.e., for the load-bearing capacity of an object to be significantly reduced, there must be a greater number of destroyed intermodal membranes per unit area and, therefore, a higher density of destroyed elements.

Keywords: cellular structures, grid structures, fracture energy, load-bearing capacity

References

1. Wang, Z. Recent advances in novel metallic honeycomb structure. *Composites Part B: Engineering*, 2019, 166, 731–741. DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.02.
2. Płatek, P., Kucewicz, M., Baranowski, P., Małachowski, J., and Popławski, A. Modelling, and characterization of 3D printed cellular structures. *Materials & Design*, 2018, 142, 177–189. DOI: 10.1016/j.matdes.2018.01.028.

3. Xiao, L. and Song, W. Additively-manufactured functionally graded Ti-6Al-4V lattice structures with high strength under static and dynamic loading: experiments. *International Journal of Impact Engineering*, 2018, 111, 255–272. DOI: 10.1016/j.ijimpeng.2017.09.018.
4. Kamantsev, I.S., Loginov, Yu.N., Belikov, S.V., Stepanov, S.I., Karabanalov, M.S., and Golodnov, A.I. Fracture behavior of Ti-6-4 cellular structures obtained by selective laser melting. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2020, iss. 4, pp. 35–47. DOI: 10.17804/2410-9908.2020.4.035-047. Available at: http://dream-journal.org/issues/content/article_294.html
5. Akhmetshin, L.R. and Smolin, I.Yu. Influence of unit cell parameters of tetrachiral mechanical metamaterial on its effective properties. *Nanoscience and Technology*, 2020, 11 (3), 265–273. DOI: 10.1615/NanoSciTechnolIntJ.2020033737.
6. Eidini, M. Zigzag-base folded sheet cellular mechanical metamaterials. *Extreme Mechanics Letters*, 2016, 6, 96–102. DOI: 10.1016/j.eml.2015.12.006.
7. Hu, L.L. and Yu, T.X. Dynamic crushing strength of hexagonal honeycombs. *International Journal of Impact Engineering*, 2010, 37 (5), 467–474. DOI: 10.1016/j.ijimpeng.2009.12.001.
8. Evans, A.G., Hutchinson, J.W., Fleck, N.A., Ashby, M.F., and Wadley, H.N.G. The topological design of multifunctional cellular metals. *Progress in Materials Science*, 2001, 46, 3–4, 309–327. DOI: 10.1016/S0079-6425(00)00016-5.
9. Sun, F., Lai, C., and Fan, H. In-plane compression behavior and energy absorption of hierarchical triangular lattice structures. *Materials & Design*, 2016, 100, 280–290. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.03.023.
10. Yan, C., Hao, L., Hussein, A., and Raymont, D. Evaluations of cellular lattice structures manufactured using selective laser melting. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2012, 62, 32–38. DOI: 10.1016/j.ijmactools.2012.06.002.
11. Liu, Y., and Zhang, X.-C. The influence of cell micro-topology on the in-plane dynamic crushing of honeycombs. *International Journal of Impact Engineering*, 2009, 36 (1), 98–109. DOI: 10.1016/j.ijimpeng.2008.03.001.
12. Tan, P.J., Reid, S.R., Harrigan, J.J., Zou, Z., and Li, S. Dynamic compressive strength properties of aluminium foams. Part II – ‘shock’ theory and comparison with experimental data and numerical models. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2005, 53 (10), 2206–2230. DOI: 10.1016/j.jmps.2005.05.003.
13. Ajdari, A., Nayeb-Hashemi, H., and Vaziri, A. Dynamic crushing and energy absorption of regular, irregular and functionally graded cellular structures. *International Journal of Solids and Structures*, 2011, 48 (3–4), 506–516. DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2010.10.018.
14. Khrunyk, Y., Lach, S., Petrenko, I., and Ehrlich, H. Progress in modern marine biomaterials research. *Marine Drugs*, 2020, 18 (12), 589. DOI: 10.3390/md18120589.
15. Voronkina, A., Romanczuk-Ruszuk, E., Przekop, R.E., Lipowicz, P., Gabriel, E., Heimler, K., Rogoll, A., Vogt, C., Frydrych, M., Wienclaw, P., Stelling, A.L., Tabachnick, K., Tsurkan, D., and Ehrlich H. Honeycomb biosilica in sponges: from understanding principles of unique hierarchical organization to assessing biomimetic potential. *Biomimetics*, 2023, 8 (2), 234. DOI: 10.3390/biomimetics8020234.
16. Gibson, L. and Ashby, M. *Cellular Solids: Structure and Properties*, 2nd ed., Cambridge Solid State Science Series, Cambridge University Press, Cambridge, 1997, 532 p.

Подана в журнал: 31.10.2023
УДК 620.173.24:62-405.8:539.42
DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.078-089











ОСОБЕННОСТИ РАЗРУШЕНИЯ СЕТЧАТЫХ КОНСТРУКЦИЙ С ПЕРИОДИЧЕСКОЙ И КВАЗИПЕРИОДИЧЕСКОЙ СТРУКТУРАМИ

И. С. Каманцев^{1, а),*}, А. И. Голоднов^{2, б)}, М. Р. Сухова^{1, 2, в)},
О. Ю. Корниенко^{2, г)}, С. В. Беликов^{2, 3, д)}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения имени Э. С. Горкунова Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия

²Уральский федеральный университет, ул. Мира, 19, г. Екатеринбург, 620002, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов им. М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия

а)  <https://orcid.org/0000-0003-0775-4043>  ks@imach.uran.ru;
б)  <https://orcid.org/0000-0003-2958-310X>  A.I.Golodnov@urfu.ru;
в)  <https://orcid.org/0000-0003-0896-3090>  marinas@imach.uran.ru;
г)  <https://orcid.org/0009-0002-3336-7071>  o.j.kornienko@urfu.ru;
д)  <https://orcid.org/0000-0002-4732-1448>  s.v.belikov@urfu.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: ks@imach.uran.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия
Тел.: +7 (343) 374-47-25; факс: +7 (343) 374-53-60

В работе проведено исследование особенностей разрушения сетчатых конструкций с периодической и квазипериодической ячеистыми структурами в условиях одноосного сжатия. Квазипериодическая ячеистая структура построена на принципах биомимикрии. В качестве прототипа использованы структуры, характерные для живой природы. Прототипом для периодической структуры послужили пчелиные соты, а квазипериодическая структура была построена с учетом геометрических принципов строения скелета морской губки *Aphrocallistes*. Установлено, что у структур, имеющих в строении элементарные составляющие – неидеальные элементы, отличающие их от гексагонов (угол между сторонами, размер ячеек и их форма), – происходит увеличение на 24 % эффективной работы, затрачиваемой на первом акте разрушения объекта при одноосном сжатии. Установлена взаимосвязь характера разрушения образцов с периодической и квазипериодической ячеистыми структурами с величиной работы, затраченной на полное разрушение объектов исследования. Выявлено, что для образцов с периодической структурой первый акт разрушения характеризуется магистральным выходом из строя перемычек между узлами по всему периметру, т. е. имеет место одномерное последовательное кольцевое разрушение. Для образцов с квазипериодической структурой характерно двумерное разрушение, т. е. для значительного снижения несущей способности объекта требуется разрушение большего количества перемычек между узлами на единицу площади, а следовательно, большая плотность разрушенных элементов.

Ключевые слова: ячеистые структуры, сетчатые конструкции, работа разрушения, несущая способность

1. Введение

Многие природные тела, например кораллы, кости и др., состоят из ячеек или ячеистых структур. Ячейки (или соты) являются наиболее распространенными в качестве элементарных составляющих строения пространственных структур в исследуемых изделиях,

созданных искусственно. Изучено, что гексагональная структура, похожая на пчелиные соты, обеспечивает превосходное поведение с самым большим полезным пространством, демонстрируя огромный механический потенциал при различных условиях нагружения [1–3]. Пространственные каркасы используют в технических задачах при проектировании и создании метаматериалов, механические свойства которых обусловлены в первую очередь своим строением, а не химическим составом основы материала [4–6]. В ряде работ [7–10] описана связь между механическими свойствами таких структур и геометрическими особенностями их элементарных ячеек. При этом установлено, что сведения об особенностях деформации каркасных структур и их разрушения под воздействием механического нагружения носят противоречивый характер. Ying Liu и Xin-Chun Zhang [11] изучали динамическое разрушение ячеистых структур с различной топологией и расположением ячеек. Их результаты показывают, что поглощение энергии при деформационном воздействии зависит не только от относительной плотности структуры, но также от расположения и геометрических особенностей формы ячеек. Группа Р. J. Tan, напротив, предположила, что неравномерность расположения ячеек не оказывает существенного влияния на поглощение энергии ячеистой структурой при пластической деформации [12]. Группой Amin Ajdari [13] были исследованы механизмы разрушения двумерных сотовых структур в виде шестиугольников с периодически повторяющимся и неповторяющимся расположением. Их результаты показывают, что неоднородность ячеек не оказывает существенного влияния на диссипацию энергии в данных структурах. Таким образом, имеющиеся в литературе сведения об особенностях поведения пространственных структур и их разрушения под воздействием механического нагружения носят противоречивый характер. Возможно, причиной неоднозначных результатов в исследованиях являются различные подходы к формированию данных структур, используемые авторами, а также задачи, поставленные ими при исследовании указанных объектов.

Целью данной работы является исследование несущей способности пространственных ячеистых конструкций, полученных на основе принципов биомимикрии, а также поиск параметра, характеризующего уровень сопротивления, т. е. оказывающего наибольшее влияние на уровень сопротивления разрушению ячеистых конструкций.

2. Материал и методика

Для проведения эксперимента были напечатаны сетчатые конструкции с периодической и квазипериодической структурой из фотополимерной смолы Anycubic Water-Wash Resin. Для изготовления сетчатых структур использован 3D-принтер Anycubic Photon Ultra (Hongkong Anycubic Technology Co., Ltd), работающий с применением технологии DLP. Цифровая обработка света (DLP) использует УФ-проектор как источник ультрафиолетового света. Поперечные сечения каждого слоя проецируются один раз с использованием микрозеркал, засвечивая весь слой за один этап. Технология DLP обеспечивает высокую скорость печати, так как весь слой может быть отвержден за один акт засветки. Параметры печати представлены в таблице.

Характеристика	Значение
Высота слоя	0,05 мм
Время контакта	2 с
Время выключения света	1 с
Количество нижних слоев	4
Нижнее время экспозиции	35 с
Расстояние подъема	5 мм
Скорость подъема	2 мм/с
Скорость отвода	2 мм/с
Уровень сглаживания	4

Для построения поддержек и настройки процесса печати использовали программу Anycubic Photon Workshop. После печати сетчатые структуры промывали и досвечивали ультрафиолетом с помощью установки Anycubic Wash and Cure 2.0.

В связи с тем, что сетчатые структуры не имеют ровных опорных поверхностей, для нагружения использовали оснастку, приведенную на рис. 1. Оснастку проектировали в программном пакете SolidWorks и изготавливали на принтере Anycubic Photon Ultra из прозрачного фотополимера Anycubic Water Wash. Для настройки процесса печати использовали параметры, указанные в таблице.

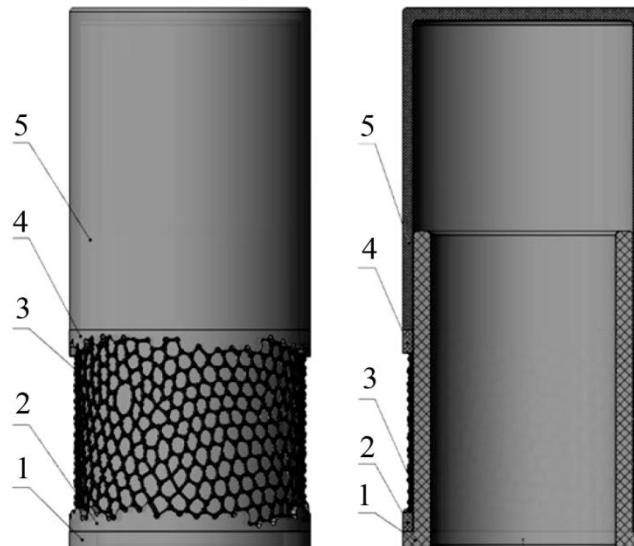


Рис. 1. Оснастка для нагружения сетчатой структуры: 1 – основа, 2 – нижнее опорное кольцо, 3 – исследуемая сетчатая структура, 4 – верхнее опорное кольцо, 5 – крышка

Объекты, построенные на принципах биомимикрии в качестве прототипа, используют структуры характерные для живой природы. В настоящем исследовании прототипом для периодической структуры послужили пчелиные соты, а квазипериодическая структура была построена с учетом геометрических принципов строения скелета морской губки *Aphrocallistes*, потенциал которого в качестве уникального источника для создания 3D-моделей для перспективных функциональных материалов отмечен в работах группы под руководством Hermann Ehrlich [14]. Скелет губки имеет сетчатую структуру, подобную сотовой, с ячейками различного размера и формы (рис. 2 а). Упрощенно его можно представить состоящим из перемычек, объединяющихся в узлах и образующих шестиугольники (рис. 2 б). При этом размер и форма шестиугольников в разных областях отличаются. Кроме того, в строении сетки можно выделить дефекты: так, некоторые шестиугольники вырождаются, например, в четырехугольники (рис. 2 б). Таким образом, объект не имеет четко выраженной «элементарной ячейки», характеризующей периодическую сетчатую структуру типа пчелиных сот. Выявление особенностей строения скелета морской губки *Aphrocallistes* выполнено по следующему алгоритму:

- 1) сканирование объекта методом компьютерной томографии;
- 2) обработка DICOM-файлов, полученных в результате сканирования в пакете InVesalius 3.1;
- 3) генерация STL-файла на основе DICOM-файлов;
- 4) преобразование STL-файла в CAD-модель в пакете SolidWorks;
- 5) преобразования CAD-файла.

Актуальность разработанного подхода подтверждена применением подобного алгоритма, описанного в работе [15].

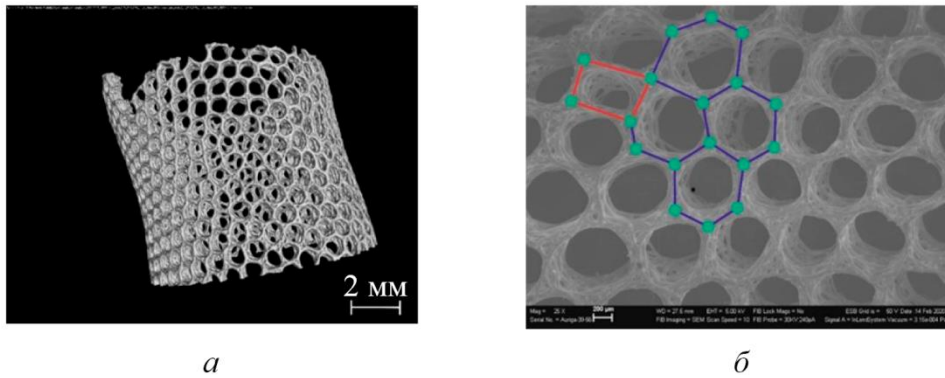


Рис. 2. Скелет морской губки *Aphrocallistes*: микротомография (а); электронная микроскопия (б)

Рассмотрим подробнее пункты 4 и 5 алгоритма формирования CAD-модели для последующей 3D-печати объекта. На 4 этапе STL-файл импортировали в пакет SolidWorks, в котором был построен 3D-эскиз. Последний включает точки, привязанные к точкам STL-файла и перемычки, оформленные линиями. Далее с помощью стандартных инструментов SolidWorks 3D-эскиз был преобразован в твердое тело. Перемычки были оформлены цилиндрами диаметром 0,1 мм, узлы – сферами диаметром 0,5 мм (рис. 3).

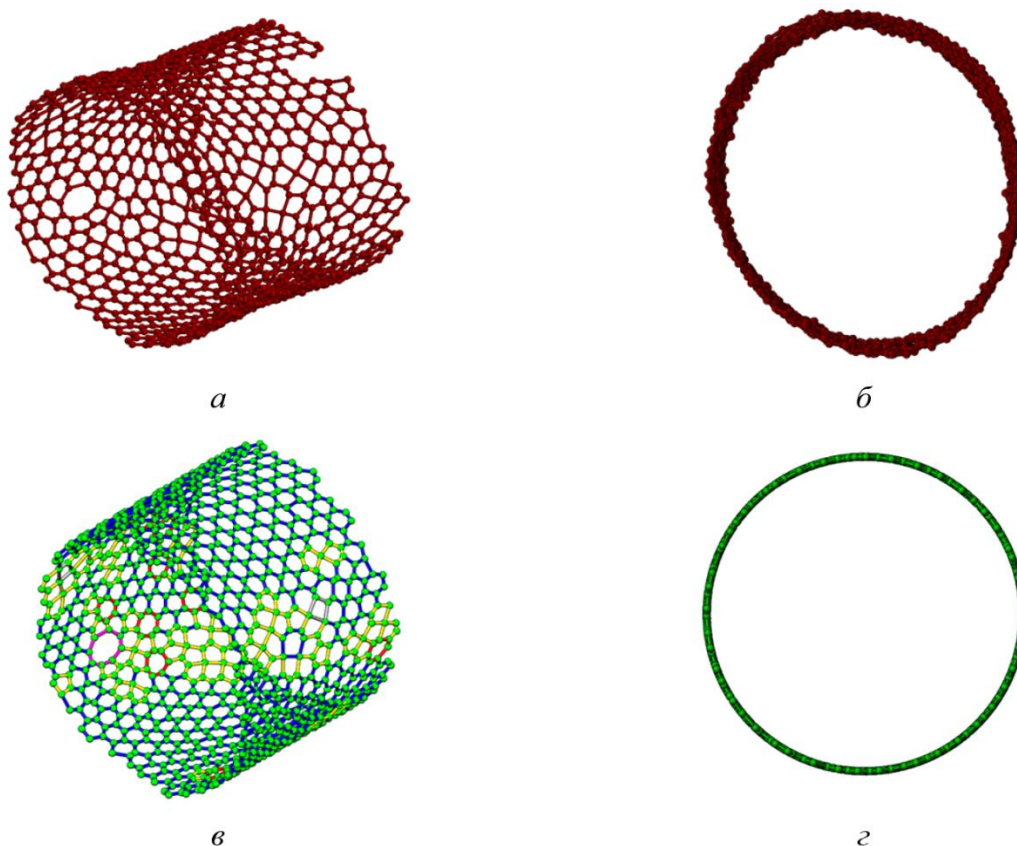


Рис. 3. CAD-модель, повторяющая строение объекта исследования до (а, б) и после (в, г) преобразования: изометрия (а, в); вид сверху (б, г)

CAD-модель повторяет все структурные особенности исходного объекта, в том числе отклонения геометрии трубки от правильной формы цилиндра. На следующем этапе в пакете SolidWorks преобразовали модель таким образом, чтобы все узлы сетки располагались на поверхности цилиндра с заданным диаметром 50 мм (рис. 3 в, г).

Преобразованную модель использовали для оценки количества дефектов элементов сетки. Всего модель включает 1090 узлов, объединенных перемычками, и 519 ячеек. Установлено, что модель, кроме стандартных шестиугольных ячеек (80,0 %), также включает четырехугольные (0,5 %), пятиугольные (16,8 %), семиугольные (2,5 %) и восьмиугольные (0,2 %) ячейки. При этом узлы решетки соединяются тремя (97 % случаев) или четырьмя (3 % случаев) перемычками. Модель с указанием распределения дефектов представлена на рис. 3 в.

В качестве объекта сравнения, обладающего периодической структурой, в пакете SolidWorks была спроектирована модель с идеальной сетчатой структурой, состоящая из одинаковых шестиугольников. Перемычки также были оформлены цилиндрами диаметром 0,1 мм, узлы – сферами диаметром 0,5 мм (рис. 4).

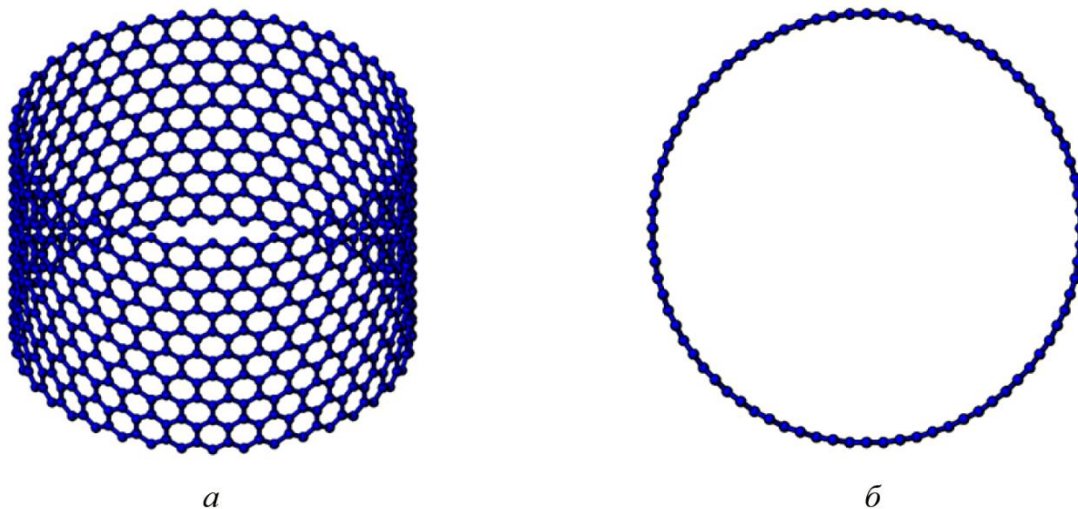


Рис. 4. CAD-модель объекта с периодической структурой: изометрия (а); вид сверху (б)

Исследование микроструктуры скелета морской губки *Aphrocallistes* выполнено с помощью растрового электронного микроскопа Auriga CrossBeam и микротомографа марки Zeiss Xradia Versa 520.

Механическое нагружение по схеме одноосного сжатия выполняли на электромеханической испытательной машине УТС 111.2-100-52 с использованием центрирующей оснастки для исключения возможной потери устойчивости конструкции, связанной с соотношением толщины стенки и высоты образца. Скорость нагружения составляла 1 мм/с. В процессе нагружения регистрировали усилие и перемещение. Для анализа стадийности процесса разрушения производили фотовидеофиксацию на всем протяжении испытания. Критерием полного разрушения являлось разрушение предпоследнего горизонтального ряда ячейистой структуры.

3. Результаты и обсуждение

Наиболее информативной количественной характеристикой для оценки энергоёмкости процесса разрушения, а следовательно, сопротивления разрушению, является работа разрушения. Для оценки сопротивления разрушению исследуемых структур проведены испытания на одноосное сжатие. Полученные результаты анализировали согласно следующим критериям. Первым критерием для оценки несущей способности конструкций с периодической и квазипериодической структурой являлась эффективная работа (A_{eff}), необходимая для разрушения объекта на первом акте деформирования, то есть перед снижением его характеристик до заданного уровня. Заданным уровнем на первом акте деформирования является достижение первого минимума при разрушении (рис. 5). Применительно к особенностям разрушения пространственных конструкций, например металлических образцов с ячейистой

строением, величина напряжения σ_{pl} характеризует резкое падение нагрузки после участка упругой деформации [4, 16]. Определение величины σ_{pl} выполнялось по аналогии с рекомендациями стандарта ISO 13314:2011 Mechanical testing of metals, ductility testing, compression test for porous and cellular metals. После резкого падения следует участок плато, напряжения на котором изменяются скачкообразно в результате пластической деформации и «схлопывания» отдельных ячеек. Стоит отметить, что первый акт разрушения не связан с переходом деформации конструкции из упругой области в пластическую. А применительно к рассматриваемой архитектуре образца подобные акты могут повторяться многократно. Исходя из этого, вторым критерием выбрали работу (A), затраченную на полное разрушение образцов (рис. 6, 7). Полную (A) и эффективную (A_{eff}) работы оценивали по диаграммам в координатах «усилие F (Н) и перемещение Δl (мм)».

Из анализа полученных данных установлено, что у образца с квазипериодической структурой эффективная работа на 24 % превышает работу разрушения образца с периодической структурой. Таким образом, образцы с квазипериодической структурой обладают более высокими показателями сопротивления разрушению до достижения первого минимума усилия (указаны стрелками на рис. 6 и 7 соответственно), т. е. на первом акте разрушения.

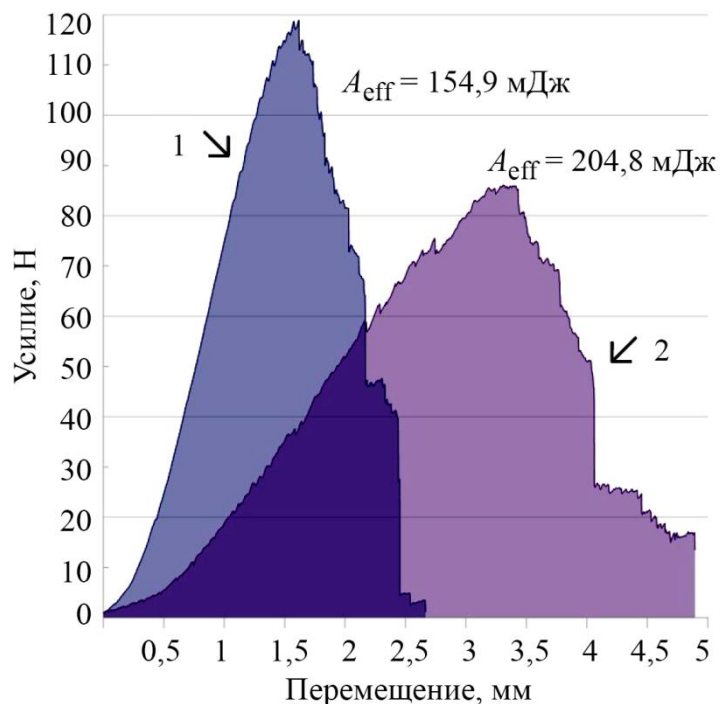


Рис. 5. Эффективная работа разрушения периодической (1) и квазипериодической (2) структур

В то же время работа, затраченная на полное разрушение образцов, практически одинакова для обеих рассмотренных структур. Однако результаты наблюдения за кинетикой разрушения с помощью фотовидеофиксации свидетельствуют о том, что характер разрушения образцов с периодической и квазипериодической структурами существенно различается (рис. 8).

С точки зрения кинетики разрушения, то есть последовательности разрушения отдельных составляющих, элементарным актом разрушения является полное разрушение перемычки, часто вблизи стыка с узлом. Для образца с периодической структурой характерно формирование кольцевых «магистральных трещин» с последующим отделением кольцевых фрагментов. У образца с квазипериодической структурой наблюдается случайный характер

разрушения, в котором затруднительно выделить преимущественное направление распространения трещины. При одинаковой суммарной энергоёмкости процесса у образца с периодической структурой происходит резкий спад нагрузки до значений, близких к 0 («выход из строя» целого ряда ячеек), в то время как у образца с квазипериодической структурой процесс разрушения проходит более монотонно (меньшая величина падения усилия). Сопоставляя полученные результаты с особенностями разрушения ячеистых структур, упомянутых выше, можно видеть, что величина σ_{pl} для образцов с регулярной структурой будет значительно ниже [4].

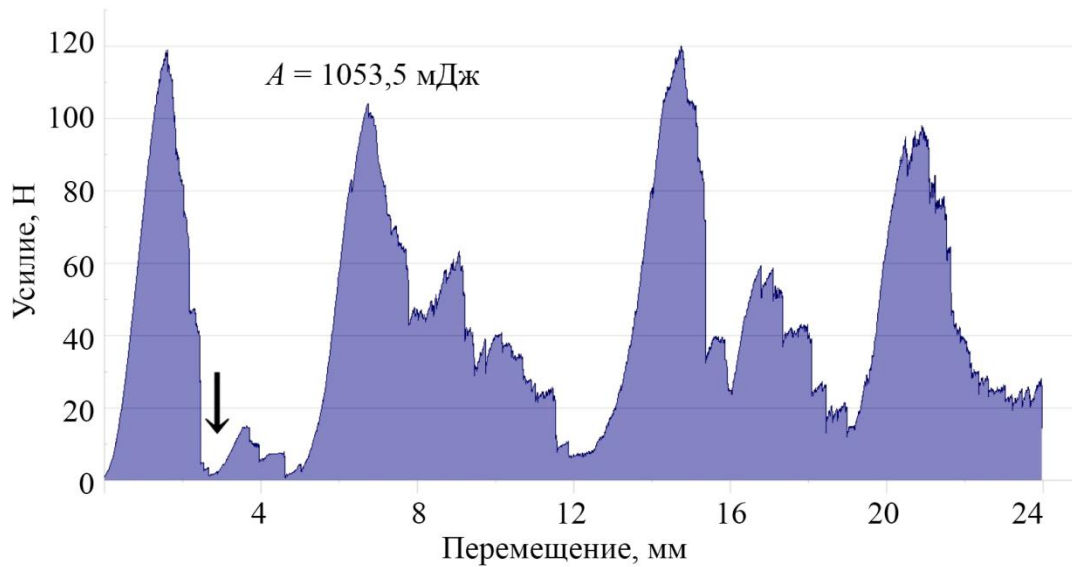


Рис. 6. Полная работа разрушения периодической структуры

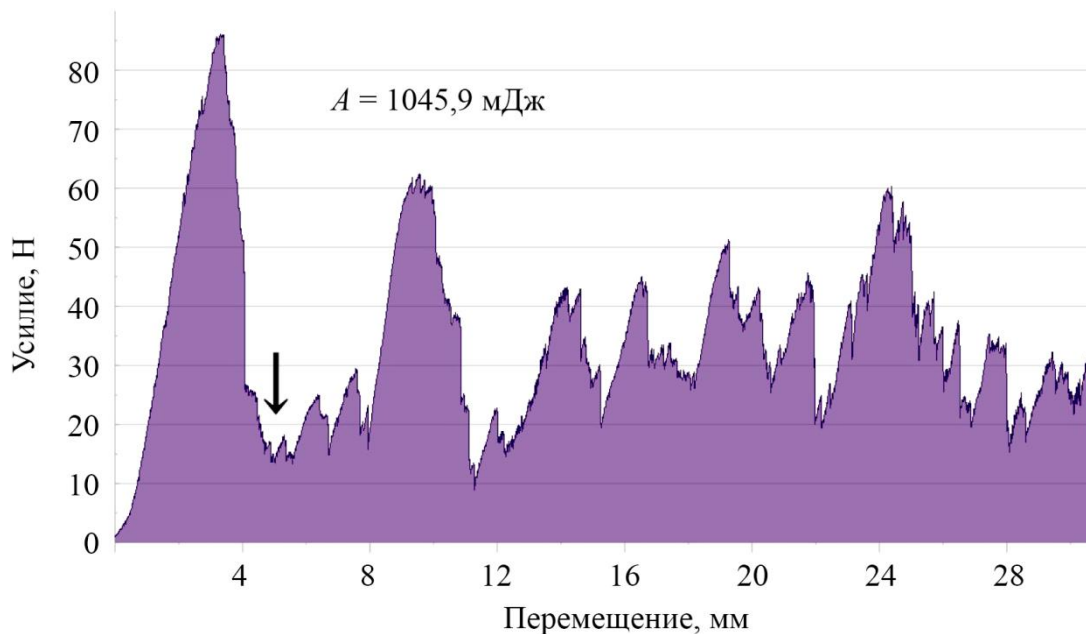


Рис. 7. Полная работа разрушения квазипериодической структуры

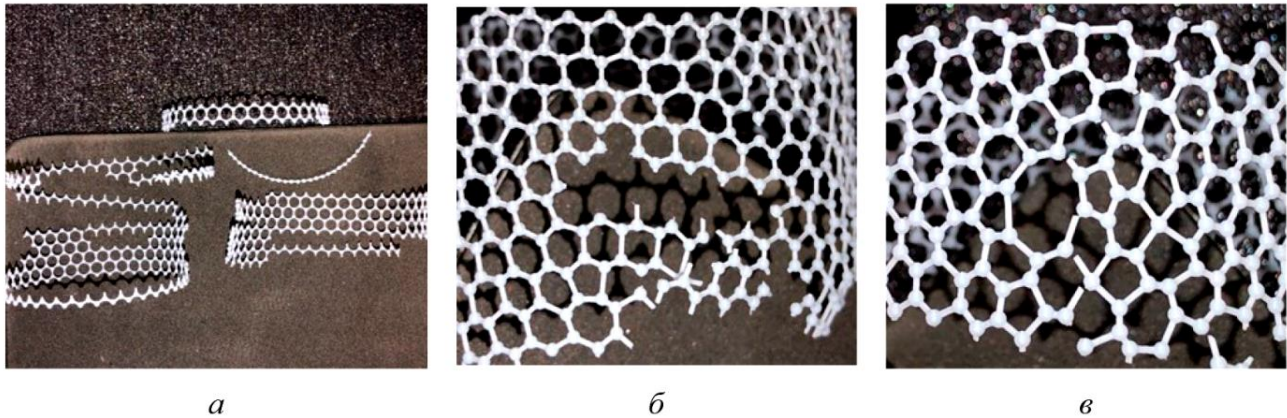


Рис. 8. Фотографии образцов с периодической (а) и квазипериодической (б, в) структурами после испытаний

Таким образом, можно предположить, что образец, построенный на основе принципов биомимикрии, обладает большей «живучестью», несущей способностью и энергоемкостью разрушения по сравнению с образцом с периодической структурой. При этом повышение «живучести» связано в первую очередь с характером разрушения образца как конструкции. Следовательно, важными параметрами, которые могут характеризовать повышенное сопротивление разрушению в условиях статического нагружения, являются предельное количество узлов структуры, вблизи которых произошло разрушение, и плотность распределения разрушенных узлов на поверхности объекта. Так, для образца с периодической структурой первый акт разрушения характеризуется магистральным выходом из строя перемычек между узлами по всему периметру, т. е. имеет место одномерное последовательное кольцевое разрушение. Для образцов с квазипериодической структурой характерно двумерное разрушение, т. е. для значительного снижения несущей способности объекта требуется разрушение большего количества перемычек между узлами на единицу площади, а следовательно, большая плотность разрушенных элементов.

4. Заключение

Результаты проведенных исследований сетчатых конструкций с периодической и квазипериодической структурами, статически нагружаемых по схеме одноосного сжатия, демонстрируют увеличение эффективной работы, затрачиваемой на разрушение на первом акте разрушения, на 24 % для структур, имеющих в своем строении неидеальные составляющие. Неидеальные элементы в работе представлены строением элементарных составляющих, отличающихся от гексагонов углом между сторонами, размером ячеек, а также формой этих ячеек.

Анализ кинетики разрушения позволил установить элементарные акты разрушения сетчатых конструкций. Так, для образцов с периодической структурой характерно формирование кольцевых «магистральных трещин» с последующим отделением кольцевых фрагментов. Для образцов с квазипериодической структурой свойственен случайный характер разрушения, в котором затруднительно выделить преимущественное направление распространения трещины. При одинаковой суммарной энергоемкости процесса у образца с периодической структурой происходит резкий спад нагрузки до значений, близких к 0 («выход из строя» целого ряда), в то время как у образца с квазипериодической структурой процесс разрушения проходит более монотонно (меньшая разность в усилиях).

На основе экспериментальных результатов сделано предположение о том, что построение сетчатой конструкции на основе принципов биомимикрии позволяет создавать объекты, обладающие большей «живучестью» и энергоемкостью разрушения. Повышение характери-

стик сопротивления разрушению связано с характером разрушения образца как конструкции. Важным результатом проведенных исследований является формулирование количественного параметра, представленного в виде предельной плотности разрушенных связей, необходимых для потери несущей способности объекта. Данный параметр может характеризовать повышенное сопротивление разрушению в условиях статического нагружения подобных конструкций с ячеистым строением.

Литература

1. Wang Z. Recent advances in novel metallic honeycomb structure // *Composites Part B: Engineering*. – 2019. – Vol. 166. – P. 731–741. – DOI: 10.1016/j.compositesb.2019.02.011.
2. Modelling, and characterization of 3D printed cellular structures / P. Płatek, M. Kuciewicz, P. Baranowski, J. Małachowski, A. Popławski // *Materials & Design*. – 2018. – Vol. 142. – P. 177–189. – DOI: 10.1016/j.matdes.2018.01.028.
3. Xiao L., Song W. Additively-manufactured functionally graded Ti-6Al-4V lattice structures with high strength under static and dynamic loading: experiments // *International Journal of Impact Engineering*. – 2018. – Vol. 111. – P. 255–272. – DOI: 10.1016/j.ijimpeng.2017.09.018.
4. Fracture behavior of Ti-6-4 cellular structures obtained by selective laser melting / I. S. Kamantsev, Yu. N. Loginov, S. V. Belikov, S. I. Stepanov, M. S. Karabanalov, A. I. Golodnov // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2020. – Iss. 4. – P. 35–47. – DOI: 10.17804/2410-9908.2020.4.035-047. – URL: http://dream-journal.org/issues/content/article_294.html
5. Akhmetshin L. R., Smolin I. Yu. Influence of unit cell parameters of tetrachiral mechanical metamaterial on its effective properties // *Nanoscience and Technology*. – 2020. – Vol. 11 (3). – DOI:10.1615/NanoSciTechnolIntJ.2020033737.
6. Eidini M. Zigzag-base folded sheet cellular mechanical metamaterials // *Extreme Mechanics Letters*. – 2016. – Vol. 6. – P. 96–102. – DOI: 10.1016/j.eml.2015.12.006.
7. Hu L. L., Yu T. X. Dynamic crushing strength of hexagonal honeycombs // *International Journal of Impact Engineering*. – 2010. – Vol. 37, No. 5. – P. 467–474. – DOI: 10.1016/j.ijimpeng.2009.12.001.
8. The topological design of multifunctional cellular metals / A. G. Evans, J. W. Hutchinson, N. A. Fleck, M. F. Ashby, H. N. G. Wadley // *Progress in Materials Science*. – 2001. – Vol. 46, Nos. 3–4. – P. 309–327. – DOI: 10.1016/S0079-6425(00)00016-5.
9. Sun F., Lai C., Fan H. In-plane compression behavior and energy absorption of hierarchical triangular lattice structures // *Materials & Design*. – 2016. – Vol. 100. – P. 280–290. – DOI: 10.1016/j.matdes.2016.03.023.
10. Evaluations of cellular lattice structures manufactured using selective laser melting / C. Yan, L. Hao, A. Hussein, D. Raymont // *International Journal of Machine Tools and Manufacture*. – 2012. – Vol. 62. – P. 32–38. – DOI: 10.1016/j.ijmachtools.2012.06.002.
11. Liu Y., Zhang X.-C. The influence of cell micro-topology on the in-plane dynamic crushing of honeycombs // *International Journal of Impact Engineering*. – 2009. – Vol. 36. – P. 98–109. – DOI: 10.1016/j.ijimpeng.2008.03.001.
12. Dynamic compressive strength properties of aluminium foams. Part II- ‘shock’ theory and comparison with experimental data and numerical models / P. J. Tan, S. R. Reid, J. J. Harrigan, Z. Zou, S. Li // *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. – 2005. – Vol. 53 (10). – P. 2206–2230. – DOI: 10.1016/j.jmps.2005.05.003.
13. Ajdari A., Nayeb-Hashemi H., Vaziri A. Dynamic crushing and energy absorption of regular, irregular and functionally graded cellular structures // *International Journal of Solids and Structures*. – 2011. – Vol. 48 (3–4). – P. 506–516. – DOI: 10.1016/j.ijsolstr.2010.10.018.
14. Progress in modern marine biomaterials research / Y. Khrunyk, S. Lach, I. Petrenko, H. Ehrlich // *Marine Drugs*. – 2020. – Vol. 18 (12). – P. 589. – DOI: 10.3390/md18120589.

15. Honeycomb biosilica in sponges: from understanding principles of unique hierarchical organization to assessing biomimetic potential / A. Voronkina, E. Romanczuk-Ruszk, R. E. Przekop, P. Lipowicz, E. Gabriel, K. Heimler, A. Rogoll, C. Vogt, M. Frydrych, P. Wienclaw, A. L. Stelling, K. Tabachnick, D. Tsurkan, H. Ehrlich // *Biomimetics*. – 2023. – Vol. 8 (2). – P. 234. – DOI: 10.3390/biomimetics8020234.
16. Gibson L., Ashby M. *Cellular Solids. Structure and Properties*. – 2nd ed. – Cambridge Solid State Science Series. – Cambridge : Cambridge University Press, 1997. – 532 p.

Received: 30.10.2023

Revised: 12.12.2023



Accepted: 29.12.2023


DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.090-097

PROSPECTS FOR IMPROVING THE MECHANICAL PROPERTIES OF AN ALUMINUM-ZIRCONIUM COMPOSITE BY ADDING ULTRAFINE Al_2O_3 POWDER SYNTHESIZED BY NITRATE COMBUSTION

V. I. Pudov^{a),*} and Yu. I. Komolikhov^{b)}

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

a)  <https://orcid.org/0000-0003-3143-7195>  pudov@imp.uran.ru;

b)  yikom@yandex.ru

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

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

Tel.: +7 (343) 378-3694

The paper presents the results of studying the mechanisms of sintering and properties of an Al_2O_3 - ZrO_2 composite doped with ultrafine Al_2O_3 powder (UFP) synthesized by burning nitrates. The material is sintered at temperatures ranging between 1450 and 1550 °C with the analysis of its physical and mechanical properties. It is shown that, as the sintering temperature and Al_2O_3 UFP concentration increase, linear shrinkage, microhardness, and strength naturally grow (the maximum values at 1550 °C are 27.8%, 19 GPa, and 357 MPa, respectively). The introduction of the Al_2O_3 UFP into the composite makes it possible to achieve an apparent density of 4.20 g/cm³ even at a sintering temperature of 1550 °C.

Keywords: ultrafine powders, zirconium dioxide, aluminum oxide, ceramics, apparent density, microhardness

Acknowledgment

The work was performed under a state assignment from the Russian Ministry of Science and Higher Education, theme Diagnostics, No. 122021000030-1.

References

1. Lukin, E.S., Makarov, N.A., Kozlov, A.I., Popova, N.A., Anufrieva, E.V., Vartanyan, M.A., Kozlov, I.A., Safina, M.N., Lemeshev, D.O., and Gorelik, E.I. Oxide ceramics of the new generation and areas of application. *Glass and Ceramics*, 2008, 65 (9–10), 348–352. DOI: 10.1007/s10717-009-9085-y.
2. Carter, C.B. and Norton, M.G. *Ceramic Materials. Science and Engineering*, Springer, New York, 2007, 716 p.
3. Abyzov, A.M. Aluminium oxide and alumina ceramics (review). Part 2. Foreign manufacturers of alumina ceramics. Technologies and research in the field of alumina ceramics. *Novye Ogneupory*, 2019, 2, 13–22. DOI: 10.17073/1683-4518-2019-2-13-22. (In Russian).
4. Boch, Ph. and Niepce, J.-C., eds. *Ceramic Materials: Processes, Properties and Applications*, ISTE Ltd, 2007, 573 p.
5. Zhang, B., Wang, C., Zhang, Y., Zhang, X., and Yang, J. A novel method for fabricating brick-mortar structured alumina-zirconia ceramics with high toughness. *Journal of the European Ceramic Society*, 2023, 43 (2), 727–732. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2022.10.013.

6. Xu, X., Liu, J., Hong, W., Du, H., and Hou, F. Low-temperature fabrication of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (Y_2O_3) nanocomposites through hot pressing of amorphous powders. *Ceramics International*, 2016, 42 (13), 15065–15071. DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.06.168.
7. Zhuravlev, V.D., Vasilyev, V.G., Vladimirova, E.V., Shevchenko, V.G., Grigorov, I.G., Bamburov, V.G., Beketov, A.R., and Baranov, M.V. Glycine-nitrate combustion synthesis of finely dispersed alumina. *Glass Physics and Chemistry*, 2010, 36 (4), 506–512. DOI: 10.1134/S1087659610040164.
8. Komolikhov, Yu.I., Kashcheev, I.D., Khrustov, V.R., and Pudov, V.I. Stability of ceramics based on ZrO_2 doped with Y_2O_3 under hydrothermal action. *Refractories and Industrial Ceramics*, 2020, vol. 61 (4), 424–427. DOI: 10.1007/s11148-020-00497-x.
9. Zhuravlev, V.D., Bamburov, V.G., Beketov, A.R., Perelyaeva, L.A., Baklanova, I.V., Sivtsova, O.V., Vasilyev, V.G., Vladimirova, E.V., Shevchenko, V.G., and Grigorov, I.G. Solution combustion synthesis of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ using urea. *Ceramics International*, 2013, 39 (2), 1379–1384. DOI: 10.1016/j.ceramint.2012.07.078.

Подана в журнал: 30.10.2023



УДК 666.3:546.62-31


DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.090-097

ПЕРСПЕКТИВЫ УЛУЧШЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АЛЮМО-ЦИРКОНИЕВОГО КОМПОЗИТА ДОБАВКОЙ УЛЬТРАДИСПЕРСНОГО ПОРОШКА Al_2O_3 , СИНТЕЗИРОВАННОГО МЕТОДОМ СЖИГАНИЯ НИТРАТОВ

В. И. Пудов^{а)}, Ю. И. Комоликов^{б)}

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Софьи Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0003-3143-7195>  pudov@imp.uran.ru;

^{б)}  yikom@yandex.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: pudov@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия
Тел.: +7 (343)378-36-94

Приведены результаты исследования закономерностей спекания и свойств композита на основе системы $Al_2O_3-ZrO_2$ с добавкой ультрадисперсного порошка (УДП) Al_2O_3 , синтезированного методом сжигания нитратов. Спекание материала проводили в интервале температур 1450–1550 °С с анализом физико-механических свойств материала. Показано, что с повышением температуры спекания и концентрации УДП Al_2O_3 наблюдается закономерный рост линейной усадки, микротвердости и прочности (максимальные значения при 1550 °С – 27,8 %, 19 ГПа и 357 МПа соответственно). Введение УДП Al_2O_3 в состав композита позволяет уже при температуре спекания 1550 °С достичь кажущейся плотности 4,20 г/см³.

Ключевые слова: ультрадисперсные порошки, диоксид циркония, оксид алюминия, керамика, кажущаяся плотность, микротвердость

1. Введение

Композит на основе системы $Al_2O_3-ZrO_2$ в настоящее время является распространенным конструкционным и функциональным материалом, поскольку обладает хорошим сочетанием свойств: доступностью и относительно невысокой стоимостью, высокой прочностью, термостойкостью, износостойкостью и химической стойкостью [1–3]. Одним из основных технико-экономических факторов, ограничивающих широкое производство изделий из этой керамики, остается высокая температура обжига (1600–1700 °С), необходимая для достижения оптимальной плотности. Традиционно для снижения температуры спекания керамики используют два принципиально разных способа [1, 4]. Один способ – это активизация основного материала, а второй – введение модифицирующих добавок. Вводимые добавки классифицируют по числу компонентов (одно- и многокомпонентные), по механизму спекания (твердофазное или через расплав) и т. д. [4]. В последнее время в качестве добавок для снижения температуры спекания стали использовать высокодисперсные порошки основного материала или других оксидных систем [5]. В этом случае у получаемого материала увеличиваются прочность, плотность и, соответственно, уменьшается пористость. Для снижения температуры спекания композитов на основе корундовой керамики и для сохранения однородного химического состава используют ультрадисперсные порошки (УДП) Al_2O_3 , причем УДП могут применяться как в качестве добавки, так и в качестве основного сырья [4, 6]. Из большого разнообразия способов получения УДП наиболее хорошо изученным является

метод получения чистых и сверхчистых УДП α - Al_2O_3 прокалкой гидроксидов, синтезированных путем осаждения из растворов солей [5]. Однако очевидные недостатки этого метода – трудоемкость, большие объемы используемых растворителей – вынуждают искать более технологичные способы синтеза порошков. Одним из альтернативных методов получения УДП для керамики является метод сжигания нитратов. Он заключается в термическом иницировании реакции в смеси нитратов металлов (окислитель) с «топливом» (мочевина, триэтаноламин, глицин и пр.), в результате чего смесь воспламеняется, образуя твердую пену, состоящую из наноразмерных частиц [7]. Преимущество этого метода состоит в отсутствии ряда традиционных стадий (фильтрование осадков, отмывка, осушка и пр.), что значительно упрощает технологический процесс и снижает вероятность загрязнения порошка за счет сокращения числа технологических стадий и снижения объемов используемых растворителей. Для синтеза добавки УДП Al_2O_3 выбрали метод сжигания нитратов, так как он дает возможность получать порошки с узким диапазоном размеров, управлять их морфологией и фазовым составом.

Цель данной работы – определение влияния условий синтеза и концентрации добавки УДП Al_2O_3 на свойства композитной керамики на основе системы Al_2O_3 – ZrO_2 .

2. Экспериментальная часть

В качестве основного компонента при получении корундового композита использовали смесь порошков состава 80 вес. % Al_2O_3 + 15 вес. % ZrO_2 , стабилизированного 3,5 мол. % Y_2O_3 (3.5YSZ). Процесс синтеза и последовательность получения порошков описаны в работе [8]. УДП Al_2O_3 , были получены в реакциях горения нитрата алюминия с глицином с последующим отжигом при 900–1100 °С в течение 10 ч. Удельную поверхность отожженных порошков измеряли методом БЭТ (сорбция–десорбция азота) на приборе TriStar 3000 V6.03A. Для синтеза использовали $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ реактивной квалификации.

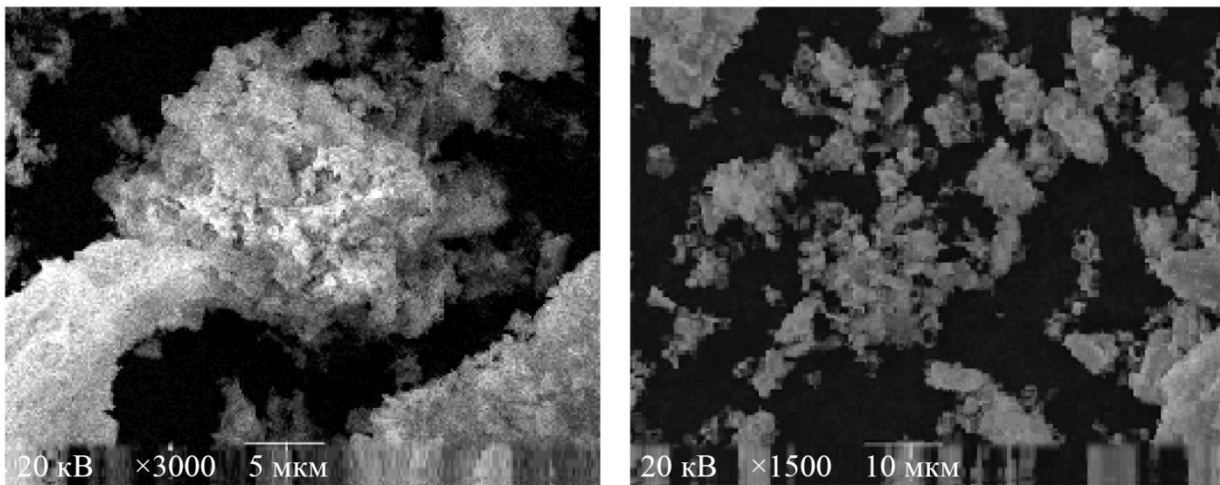


Рис. 1. Морфология порошка оксида алюминия, полученного сжиганием $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ с глицином, после отжига при 900 °С

На рис. 1 показана характерная морфология порошка, получаемого методом сжигания нитратов, которая в основном представлена легко разрушаемыми агрегатами размером 10–20 мкм. Технология получения таких порошков описана в работе [9]. Свойства полученных порошков приведены в табл. 1.

Таблица 1

Свойства УДП порошков

Вид компонента	УДП Al ₂ O ₃		
	900	1000	1100
Температура отжига, °С	900	1000	1100
Площадь удельной поверхности, м ² /г	170	92	44
Размер агрегатов, мкм	2–5	3–10	1–5
Содержание α-Al ₂ O ₃ , масс. %	15	35	100

После синтеза порошки основного компонента Al₂O₃–ZrO₂ и спекающей добавки смешивали и измельчали в шаровой мельнице с шарами и барабаном из корунда в течение 20 часов при соотношении материал : вода : шары = 1 : 1 : 3. Композитные смеси содержали от 5 до 15 масс. % УДП Al₂O₃ добавок, прошедших отжиг при разных температурах (табл. 2). Заготовки образцов для исследования в виде пластин 50×50 мм толщиной 9 мм формовали методом шликерного литья в гипсовые формы. После извлечения из формы их сушили и подвергали предварительному обжигу при температуре 1100 °С для достижения минимальной механической прочности. Для физико-механических исследований из этих заготовок вырезали образцы длиной 35 мм и сечением 4×4 мм (рис. 2). Полученные образцы спекали в лабораторной электропечи при температурах 1450, 1500 и 1550 °С в атмосфере воздуха при скорости нагревания 5 °С в минуту и выдержкой при максимальной температуре в течение четырех часов. На полученных спеченных образцах определяли:

- микротвердость на установке Nanotest 600 с использованием алмазной пирамидки Виккерса;
- плотность методом гидростатического взвешивания в спирте на весах Shimadzu AUW-220 D, оснащенных для этих целей специальной приставкой;
- предел прочности на изгиб на установке Instron-1185.

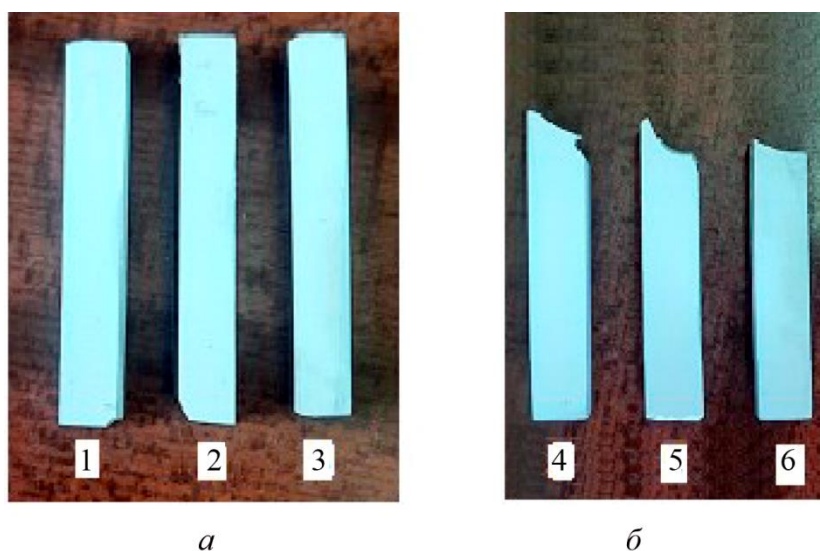


Рис. 2. Стержневые керамические образцы для механических испытаний (а); образцы после механических испытаний (б): 1 – 1450 °С, 2 – 1500 °С, 3 – 1550 °С

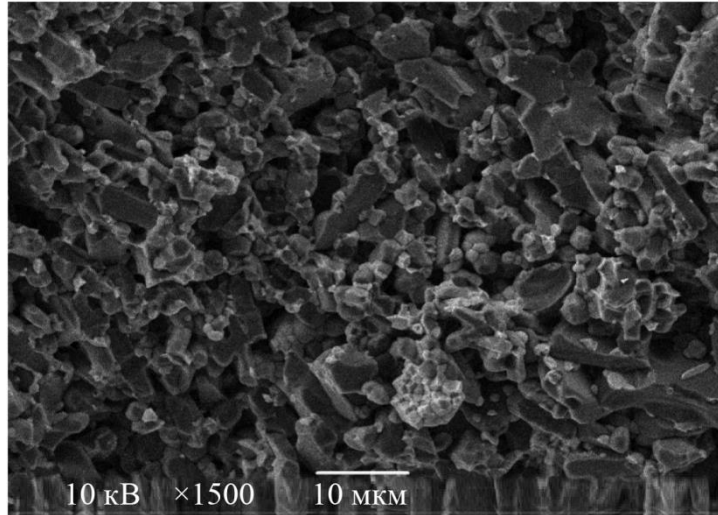


Рис. 3. Микроструктура поверхности излома образца с содержанием 15 % УДП

3. Результаты и их обсуждение

Результаты определения показателей плотности и усадки рассматриваемых образцов, обожженных при различных температурах, в том числе с разным содержанием УДП, представлены в табл. 2.

Таблица 2

Плотность и усадка образцов, спеченных при разных температурах

Свойства при температуре спекания образцов, °С		Температура отжига, °С								
		900			1000			1100		
		Массовая доля добавки УДП Al ₂ O ₃ , %								
		5	10	15	5	10	15	5	10	15
1450	Плотность кажущаяся, г/см ³	3,22	3,30	3,67	3,26	3,39	3,77	3,16	3,22	3,57
	Усадка, %	5,2	7,8	9,3	5,6	7,8	9,6	4,9	5,9	8,8
1500	Плотность кажущаяся, г/см ³	3,48	3,72	3,95	3,54	3,77	3,94	3,35	3,62	3,68
	Усадка, %	14,4	16,3	17,9	14,1	15,2	18,8	13,9	15,1	16,0
1550	Плотность кажущаяся, г/см ³	3,83	3,98	4,19	3,86	3,97	4,20	3,75	3,91	4,03
	Усадка, %	19,9	21,3	26,8	18,2	23,1	25,5	17,6	20,2	22,3

Из приведенных данных следует, что плотность исследуемых образцов линейно изменяется в пределах от 3,2 до 4,2 г/см³. Она существенно зависит от вида и количества вводимого УДП

Al_2O_3 и от температуры спекания. Активизирующее влияние данной добавки на уплотнение материала объясняется увеличением площади межчастичных контактов, которая возрастает с добавлением УДП Al_2O_3 . Механизм активизации спекания обусловлен повышенной поверхностной активностью УДП Al_2O_3 , которая определяется дефектностью кристаллического строения, размером и формой частиц. После спекания при 1550 °С максимальное значение плотности композита $Al_2O_3-ZrO_2$ составляет 4,2 г/см³ при наличии 10 % УДП Al_2O_3 , отожженного при 1000 °С. Имеется незначительное падение плотности с увеличением содержания УДП Al_2O_3 , отожженного при 900 °С, в образцах, спеченных при 1550 °С. Это падение можно объяснить тем, что УДП Al_2O_3 , полученный при 900 °С, представлен гамма-фазой оксида алюминия. С увеличением количества добавки возрастает разрыхляющий эффект перехода $\gamma-Al_2O_3 \rightarrow \alpha-Al_2O_3$, происходящего в образцах при спекании. Усадка образцов с увеличением содержания УДП Al_2O_3 и температуры возрастает. Заметная усадка появляется уже при температуре спекания 1450 °С и достигает 9,6 %. Наблюдается почти линейная зависимость усадки от содержания УДП Al_2O_3 , при этом угол наклона линии возрастает с увеличением температуры спекания. В смесях с концентрацией 15 % УДП Al_2O_3 , отожженного при 900 °С, наблюдается наибольшая усадка, достигающая 26,8 % при температуре спекания 1550 °С.

Таблица 3

Свойства образцов после спекания при $T \approx 1550$ °С

Свойства	Температура отжига добавки Al_2O_3 , °С								
	900			1000			1100		
Массовая доля добавки, %	5	10	15	5	10	15	5	10	15
Микротвердость по Виккерсу, ГПа	14,8	15,2	17,6	14,1	16,2	19,0	14,5	14,3	16,9
Предел прочности при изгибе, МПа	180	230	295	210	265	357	174	255	285

В табл. 3 приведены зависимости микротвердости и предела прочности образцов, спеченных при температуре 1550 °С, от концентрации УДП $\alpha-Al_2O_3$. Можно отметить, что микротвердость и предел прочности увеличиваются с концентрацией УДП. Максимальные значения микротвердости 19 ГПа и прочности 357 МПа достигаются при содержании УДП 15 % и температуре спекания 1550 °С.

4. Заключение

Представленные в статье результаты исследования закономерностей спекания и формирования свойств композита на основе системы $Al_2O_3-ZrO_2$ с добавкой ультрадисперсного порошка (УДП) Al_2O_3 , синтезированного методом сжигания нитратов, показывают, что добавка УДП Al_2O_3 до 15 масс. % в композитный порошок состава $Al_2O_3-ZrO_2$ активизирует спекание композитной керамики: повышается ее плотность, микротвердость и прочность.

Применение добавки к Al_2O_3 способствует формированию однородной, устойчивой, высокодисперсной кристаллической структуры, а также активизации процессов твердофазного спекания. В результате снижается температура спекания, и возрастают прочностные характеристики до 20 % в сравнении с материалами, полученными по традиционной технологии при более высоких температурах.

Данные результаты свидетельствуют, что добавка УДП Al_2O_3 , полученного методом сжигания нитратов, позволяет изготавливать керамику с высокими прочностными характеристиками при температуре спекания 1550 °С.

Эффективность добавки существенным образом зависит от процентного содержания УДП Al_2O_3 .

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Диагностика», № 122021000030-1).

Литература

1. Oxide ceramics of the new generation and areas of application / E. S. Lukin, N. A. Makarov, A. I. Kozlov, N. A. Popova, E. V. Anufrieva, M. A. Vartanyan, I. A. Kozlov, M. N. Safina, D. O. Lemeshev, E. I. Gorelik // *Glass and Ceramics*. – 2008. – Vol. 65 (9–10). – P. 348–352. – DOI: 10.1007/s10717-009-9085-y.
2. Carter C. B., Norton M. G. *Ceramic materials: science and engineering*. – New York : Springer, 2007. – 716 p.
3. Абызов А. М. Оксид алюминия и алюмооксидная керамика (обзор). Ч. 2. Зарубежные производители алюмооксидной керамики. Технологии и исследования в области алюмооксидной керамики. // *Новые огнеупоры*. – Т. 2. – С. 13–22. – DOI: 10.17073/1683-4518-2019-2-13-22.
4. *Ceramic Materials: Processes, Properties and Applications* / ed. by Ph. Boch, J.-C. Niepce. – ISTE, 2007. – 573 p.
5. A novel method for fabricating brick-mortar structured alumina-zirconia ceramics with high toughness / B. Zhang, C. Wang, Y. Zhang, X. Zhang, J. Yang // *Journal of the European Ceramic Society*. – 2023. – Vol. 43 (2). – DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2022.10.013.
6. Low-temperature fabrication of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (Y_2O_3) nanocomposites through hot pressing of amorphous powders / X. Xu, J. Liu, W. Hong, H. Du, F. Hou // *Ceramics International*. – 2016. – Vol. 42 (13). – P. 15065–15071. – DOI: 10.1016/j.ceramint.2016.06.168.
7. Glycine-nitrate combustion synthesis of finely dispersed alumina / V. D. Zhuravlev, V. G. Vasilyev, E. V. Vladimirova, V. G. Shevchenko, I. G. Grigorov, V. G. Bamburov, A. R. Beketov, M. V. Baranov // *Glass Physics and Chemistry*. – 2010. – Vol. 36 (4). – P. 506–512. – DOI: 10.1134/S1087659610040164.
8. Stability of ceramics based on ZrO_2 doped with Y_2O_3 under hydrothermal action / Yu. I. Komolikhov, I. D. Kashcheev, V. R. Khrustov, V. I. Pudov // *Refractories and Industrial Ceramics*. – 2020. – Vol. 61 (4). – P. 424–427. – DOI: 10.1007/s11148-020-00497-x.
9. Solution combustion synthesis of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ using urea / V. D. Zhuravlev, V. G. Bamburov, A. R. Beketov, L. A. Perelyaeva, I. V. Baklanova, O. V. Sivtsova, E. V. Vasilyev, V. G. Vladimirova, V. G. Shevchenko, I. G. Grigorov // *Ceramics International*. – 2013. – Vol. 39 (2). – P. 1379–1384. – DOI: 10.1016/j.ceramint.2012.07.078.

Received: 27.09.2023

Revised: 11.12.2023

Accepted: 29.12.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.098-106

A STATISTICAL METHOD FOR DETERMINING THE MODE OF ION-PLASMA NITRIDING

V. R. Baraz^{a)}, E. A. Ishina^{b)*}, and E. A. Yurchenkov

Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia

a) ✉ vrbaraz@mail.ru;

b) ✉ e.a.ishina@gmail.com

*Corresponding author. E-mail: e.a.ishina@gmail.com

Address for correspondence: ul. Mira, 28, Ekaterinburg, 620078, Russia

Mathematical planning is used in order to determine the optimal mode for ion nitriding of the 38Cr2Ni2Mo structural steel. This is justified by the requirement to preserve strictly limited functional parameters obtained as a result of diffusion saturation: hardness ranging between 450 and 650 HV in a 0.15–0.40-mm-deep layer. The implementation of factor planning and the regression processing of the obtained data enable us to arrive at an analytical expression in the form of a linear function for the studied optimization parameters (microhardness and layer depth). This makes it possible to assess the degree and direction of the influence of the factors under study on the optimization parameters of interest.

Keywords: ion-plasma nitriding, microstructure, experimental mathematical planning, regression dependencies, depth of nitration

References

1. Filippov, M.A., Kositsyna, I.I., and Gervasyev, M.A. *Poverkhnostnaya obrabotka i pokrytiya v mashinostroenii* [Surface Treatment and Coatings in Mechanical Engineering]. USTU–UPI Publ., Ekaterinburg, 2009, 212 p. (In Russian).
2. Goncharenko, I.A., Zolotukhin, V.I., and Gvozdev, A.E. *Osnovy tekhnologii termicheskoy obrabotki stali* [Fundamentals of Heat Treatment Technology for Steel]. Grif i K. Publ, Tula, 2006, 326 p. (In Russian).
3. Ramazanov, K.N., Agzamov, R.D., Budilov, V.V., Vafin, R.K., and Khusainov, Yu.G. *Ionnoye azotirovanie staley v tleyushchem razryade nizkogo davleniya* [Ion Nitriding of Steels in a Low-Pressure Glow Discharge]. Innovatsionnoe Mashinostroenie Publ., Moscow, 2016, 335 p. (In Russian).
4. Lakhtin, Yu.M., Kogan, Ya.D., Shpis, G., and Bemer, Z. *Teoriya i tekhnologiya azotirovaniya* [Nitriding Theory and Technology]. Metallurgiya Publ, Moscow, 1991, 320 p. (In Russian).
5. Petrova, L.G. Internal nitriding of high-temperature steels and alloys. *Metal Science and Heat Treatment*, 2001, 43 (1–2), 11–17. DOI: 10.1023/A:1010405819435.
6. Available at: <https://www.spectroscopyonline.com/view/international-centre-diffraction-data> (accessed at: 2016).
7. Babin, A.V. and Rakipov, D.F. *Organizatsiya i matematicheskoe planirovanie eksperimenta* [Organization and Mathematical Planning of the Experiment: Study Guide]. UrFU Publ, Ekaterinburg, 2014, 112 p. (In Russian).
8. Adler, Yu.P., Markova, E.V., and Granovsky, Yu.V. *Planirovaniye eksperimenta pri poiske optimalnykh usloviy* [Planning an Experiment When Searching for Optimal Conditions]. Nauka Publ, Moscow, 1976, 279 p. (In Russian).

9. Lakhtin, Yu.M. and Arzamasov, B.N. *Khimiko-termicheskaya obrabotka metallov* [Chemical and Heat Treatment of Metals]. Moscow, Metallurgiya Publ, 1985, 255 p. (In Russian).
10. Lobanov, M.L. and Zorina, M.A. *Metody opredeleniya koeffitsientov diffuzii* [Methods for Determining Diffusion Coefficients: Study Guide]. Izdatelstvo Uralskogo Universiteta Publ., Ekaterinburg, 2017, 100 p. (In Russian).
11. Merer, H. *Diffuziya v tverdykh telakh* [Diffusion in Solids]. Intellect Publ., Dolgoprudny, 2011, 535 p. (In Russian).

Подана в журнал: 27.09.2023

УДК 621.7.669.017

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.098-106

СТАТИСТИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РЕЖИМА ИОННО-ПЛАЗМЕННОГО АЗОТИРОВАНИЯ

В. Р. Бараз^{а)}, Е. А. Ишина^{б)}, Е. А. Юрченков

ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,
ул. Мира, 19, г. Екатеринбург, 620002, Россия

^{а)} ✉ vrbaraz@mail.ru;

^{б)} ✉ e.a.ishina@gmail.com

*Ответственный автор. Электронная почта: e.a.ishina@gmail.com
Адрес для переписки: ул. Мира, 28, Екатеринбург, 620078, Россия

Выполнено исследование, связанное с применением метода математического планирования эксперимента с целью изыскания оптимального режима ионного азотирования конструкционной стали 38X2H2MA. Особенность выполнения данного исследования обосновывалась требованием сохранения строгого ограничения функциональных показателей результатов диффузионного насыщения: твердость в диапазоне 450–650 HV при сохранении глубины слоя в пределах 0,15–0,40 мм. Реализация факторного планирования и регрессионная обработка полученных данных позволили построить для изученных параметров оптимизации (микротвердости и глубины слоя) аналитическое выражение в виде линейной функции. Это дало возможность оценить степень и направление влияния изучаемых факторов на исследуемые параметры оптимизации.

Ключевые слова: ионно-плазменное азотирование, структурный анализ, метод планирования эксперимента, регрессионные зависимости, микротвердость, глубина азотированного слоя

1. Введение

Эффективной разновидностью процесса диффузионного насыщения азотом поверхностных слоев обрабатываемых изделий является ионно-плазменное азотирование (ИПА) [1–3]. Оно осуществляется в тлеющем разряде, возбуждаемом на поверхности детали (катоде) в атмосфере азотсодержащей газовой среды (аммиак, азот и проч.) в условиях глубокого разрежения. Сам процесс насыщения ведется в стальном контейнере, который является анодом. Такие условия способствуют образованию плазмы, в результате чего создается рабочая среда с заряженными ионами. Ионы азота, входя в зону высокой напряженности, разгоняются до больших скоростей и, соударяясь с деталью, внедряются в ее поверхность, что и формирует на поверхности тонкую азотную пленку. При этом высокая кинетическая энергия, которую имеют ионы азота, переходит в тепловую. В результате деталь за короткое время (примерно 15–30 мин) разогревается до температуры 450–600 °С, при которой происходит диффузия азота вглубь металла.

Такая химико-термическая обработка, в отличие от традиционного газового азотирования в печах, позволяет сократить общую продолжительность процесса (в 1,5–2 раза), создает возможность регулирования процесса с целью получения азотированного слоя с заданными свойствами и оказывается более экологичной [4–5].

В частности, подобная технология используется для азотирования конструкционной стали 38X2H2MA, формально не являющейся классическим примером легированной стали, предназначенной для азотирования (не содержит такой важный элемент, как алюминий).

При этом используемые в настоящее время режимы обработки данной стали не в состоянии обеспечить нужное сочетание функциональных параметров процесса насыщения: диффузионный слой имел твердость выше установленной регламентом, но вместе с тем характеризовался недостаточной глубиной. Поэтому в рамках данного исследования необходимо было изыскать режим химико-термической обработки, обеспечивающий изделию из данной конструкционной стали получение твердости в регламентируемом диапазоне, а именно твердость в интервале 450–650 HV при сохранении глубины слоя в пределах 0,15–0,40 мм.

В этой связи основная цель настоящего исследования – изучить особенности ионно-плазменного азотирования стали марки 38X2H2MA и определить оптимальный режим азотирования, используя метод математического планирования с учетом получения заданных параметров (глубины слоя и величины микротвердости).

2. Материал и методика эксперимента

Объектом исследования служила стандартная конструкционная сталь 38X2H2MA, химический состав которой представлен в таблице 1.

Таблица 1

Химический состав стали 38X2H2MA (масс. %)

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	S	P	Cu
0,36	0,28	0,38	1,46	1,49	0,22	0,008	0,012	0,17

Исследуемые образцы для азотирования представляли собой прямоугольный параллелепипед со сторонами 10×10×50 мм. Предварительно они были подвергнуты отжигу при температуре 840 °С длительностью 4 часа (с целью получения структурно равновесного состояния). Поскольку типичная предварительная термообработка для азотируемой стали – это улучшение, то стандартная термообработка представляла собой закалку с высоким отпуском. Конкретно для указанной стали температура закалки принималась равной 880 °С, охлаждение в масло, а температура отпуска устанавливалась в интервале 560–600 °С.

Химико-термическая обработка выполнялась на установке для ионного азотирования с тлеющим разрядом типа «ЙОН-50». Для измерения твердости поверхностного азотированного слоя использовался твердомер DuraScan – автоматический универсальный микротвердомер для измерения твердости в микро- и макродиапазонах, использовалась нагрузка 10 кгс. Определение глубины азотированного слоя выполнялось на поперечном шлифе после травления 10 %-м раствором азотной кислоты с помощью металлографического комплекса, включающего оптический микроскоп GX51 и программный блок, обеспечивающий непосредственное измерение глубины диффузионного слоя на полученном изображении. Доверительные интервалы (предельная ошибка измерения) для твердости и глубины слоя составляли соответственно ± 15 HV₁₀ и $\pm 0,005$ мм.

Определение качественного фазового состава производилось с помощью дифрактометра D2 Phaser в кобальтовом K α -излучении. Фазовый анализ выполнялся с использованием международной картотеки дифракционных данных ICDD PDF-4 [6].

3. Результаты и обсуждение

Первоначально было определено влияние температуры отпуска на твердость и глубину диффузионного слоя после ионного азотирования. Использовали стандартную термообработку для этой стали, включающую закалку от 880 °С и последующий отпуск длительностью 2 часа, который исполнялся по двум температурным вариантам: 560 и 600 °С. Само предварительное азотирование закаленной и отпущенной стали осуществлялось по регламентированному режиму: при 525 °С в течение 90 минут.

Полученные данные по твердости и, соответственно, глубине азотированного слоя приведены в табл. 2. Можно отметить очевидную зависимость твердости азотированной стали от температуры отпуска: в указанных экспериментах относительно более высокий отпуск приводит к определенному понижению твердости. Вместе с тем фиксируется практически полное отсутствие влияния указанных режимов отпуска на глубину слоя.

Таблица 2

Значения твердости и глубины азотированного слоя после термообработки по стандартному режиму

№	Температура заковки, °C	Температура отпуска, °C	Твердость после отпуска, HV ₁₀	Твердость после азотирования, HV ₁₀	Глубина слоя, мм
1	880	600	395	750	0,172
2	880	560	425	775	0,171

На рис. 1 представлены металлографическое (см. вставку) и дифракционное изображения азотированного слоя. Микроструктура представляет собой характерное гетерофазное изображение с наличием нитридных выделений преимущественно компактной формы, близкой к равноосной. Отчетливо фиксируются нитридный слой (1), а также зона внутреннего азотирования (2). Наглядная картина фазового состава регистрируется на дифрактограмме. Помимо отражений от матричной фазы (легированного феррита α -Fe), фиксируются рефлексы, отвечающие присутствию нитридных соединений – γ' -фазы с гранецентрированной решеткой (Fe_4N) и более богатой азотом ϵ -фазы с гексагональной решеткой (Fe_3N).

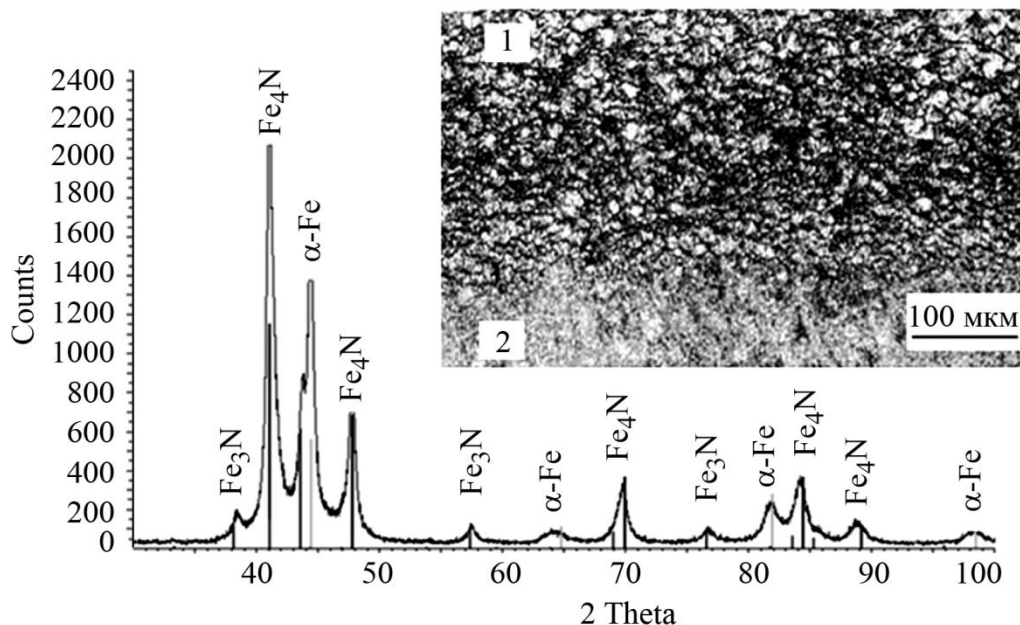


Рис. 1. Дифрактограмма и микроструктура стали 38X2H2MA после ионного азотирования по стандартному режиму

Результаты предварительных экспериментов показали, что можно достаточно эффективно влиять на твердость после азотирования, изменяя температуру отпуска после заковки, однако на глубину слоя такое воздействие практически отсутствует. По этой причине возникает необходимость в проведении более обстоятельного исследования, в котором воздей-

ствующие факторы можно было проанализировать в достаточно широком диапазоне. Здесь представлялось уместным провести эксперименты с использованием математического планирования [7, 8].

Метод планирования эксперимента считается эффективным для решения так называемых экстремальных задач, т. е. когда нужно осуществить поиск оптимальных свойств объекта исследования. Идея метода – так провести опыты, чтобы при их минимальном количестве, варьируя одновременно значения независимых переменных (факторов) по специально сформулированным правилам, найти область оптимума и получить ее математическое выражение.

В настоящей работе в качестве изучаемых факторов были взяты следующие переменные:

- а) температура отпуска после закалки, °С;
- б) температура азотирования, °С;
- в) время азотирования, мин.

В качестве параметров оптимизации были использованы такие показатели, как твердость HV_{10} ($y_{ТВ}$) и глубина азотированного слоя h ($y_{ГЛ}$).

В результате был реализован полный трехфакторный эксперимент типа 2^3 .

Для центра плана (нулевого уровня) были взяты стандартные параметры для данной стали, а именно:

- а) температура отпуска после закалки, равная 580 °С (x_1);
- б) температура азотирования, равная 525 °С (x_2);
- в) время азотирования, равное 60 мин (x_3).

Таким образом, число вариантов опытов с учетом эксперимента в центре плана составляло 9.

В табл. 3 приведены данные о значениях обсуждаемых факторов на нулевом уровне, интервалы их варьирования, а также показатели на верхнем и нижнем уровнях.

Таблица 3

Факторы и интервалы варьирования

Факторы	Температура отпуска, °С	Температура азотирования, °С	Время выдержки, мин
Код	x_1	x_2	x_3
Основной уровень (0)	580	525	60
Интервалы варьирования (J)	20	25	30
Верхний уровень (+1)	600	550	90
Нижний уровень (-1)	560	500	60

В табл. 4 представлена матрица планирования на основе вышеизложенных факторов и интервалов варьирования, а также результаты реализации опытов с указанием полученных значений твердости HV_{10} и толщины слоя h .

Таблица 4

Матрица планирования

Номер опыта	x_1	x_2	x_3	Твердость, HV ₁₀	Глубина слоя h , мм
1	560	500	30	590	0,072
2	600	500	30	525	0,079
3	560	550	30	640	0,115
4	600	550	30	575	0,139
5	560	500	90	670	0,144
6	600	500	90	605	0,139
7	560	550	90	700	0,191
8	600	550	90	645	0,165
9	580	525	60	650	0,123

Была проведена стандартная статистическая обработка результатов опыта. Она включала расчет коэффициентов регрессии, их статистическую значимость, проверку на однородность по G -критерию. Путем сравнения абсолютной величины соответствующего коэффициента с его доверительным интервалом установлено, что для случая совместного взаимодействия (эффект парного и тройного влияния) проверяемые коэффициенты оказались незначимыми. Примечательно, что аналогичная ситуация отмечена и относительно влияния температуры отпуска на глубину слоя. Поэтому в окончательном виде оба уравнения регрессии приобрели следующий вид:

твердость HV₁₀:

$$y_{ТВ} = 618 - 31x_1 + 21x_2 + 35x_3; \quad (1)$$

глубина слоя h , мм:

$$y_{ГЛ} = 0,13 + 89x_2 + 118x_3. \quad (2)$$

Наличие линейной интерпретации полученных зависимостей было доказано проверкой на адекватность самих уравнений с использованием F -критерия (для стандартной вероятности 95 %).

Анализ уравнений регрессии позволяет оценить степень и направление влияния изучаемых факторов на исследуемые параметры оптимизации. На показатели твердости температура отпуска после закалки влияет с обратным знаком (как и следовало ожидать), но в целом воздействие всех факторов находится примерно на одном уровне (хотя можно выделить некоторое приоритетное влияние длительности насыщения). Для глубины слоя чуть большим воздействием характеризуется время выдержки при азотировании, а температура предварительного отпуска статистически не влияет (для изученных условий эксперимента). Это обстоятельство нашло отражение в отсутствии показателя x_1 в уравнении регрессии.

Поскольку задача эксперимента сводилась к получению требуемого сочетания условий проведения азотирования с целью получения заданных технологических показателей (твердости в диапазоне 450–650 HV и глубины слоя в интервале 0,15–0,40 мм), то наиболее приемлемой следует признать обработку по режиму 8, включающему после закалки от 880 °С отпуск при 600 °С в течение 2 ч и последующее ионно-плазменное азотирование при 550 °С длительностью 90 мин. В результате такой обработки твердость достигает 645 HV₁₀, а глубина слоя h – 0,165 мм, что укладывается в требуемые эксплуатационные показатели.

При выполнении операций диффузионного насыщения важное функциональное значение приобретает такой физический показатель, как коэффициент диффузии D . Поэтому в рамках данного исследования был выполнен эмпирический расчет этой характеристики.

Вычисление коэффициента диффузии азота выполнялось по формуле [9, 10]

$$D = x^2 / 2\tau, \quad (3)$$

где D – коэффициент диффузии; x – средняя глубина диффузионного слоя, см; τ – время диффузии, с.

Расчет был выполнен для следующих экспериментальных условий.

1. Для центра плана: температура 525 °С, длительность насыщения 60 мин и глубина слоя 0,123 мм. Рассчитанное значение коэффициента диффузии составило $D_N = 2,2 \times 10^{-8} \text{ см}^2/\text{с}$.

2. Для 8 опыта: температура 550 °С, длительность насыщения 90 мин и глубина слоя 0,165 мм. $D_N = 2,5 \times 10^{-8} \text{ см}^2/\text{с}$.

Отметим, что полученные значения коэффициента хорошо согласуются с имеющимися табличными данными из литературных источников, описывающих значения коэффициента D_N для случая насыщения в железе при разных температурах и разных фазовых состояниях [11]. Так, в зависимости от концентрации углерода, меняющейся в интервале от 0,01 до 1,40 %, коэффициент диффузии D_N (для 550 °С) лежит в широком диапазоне, а именно $0,05\text{--}2,15 \times 10^{-8} \text{ см}^2/\text{с}$. Для указанного химического состава исследованной стали рассчитанные значения коэффициента диффузии азота разумно укладываются в обозначенный интервал.

4. Заключение

Целью работы было исследование изменения поверхностной твердости и глубины азотированного слоя в результате насыщения стали 38Х2Н2МА азотом в установке ионного азотирования, а также подбор оптимальных параметров азотирования по заданным критериям, а именно: по определенному диапазону твердости и величине диффузионного слоя.

Для отыскания оптимального режима азотирования данной стали с использованием метода диффузионного насыщения в режиме тлеющего разряда проведено экспериментальное исследование на основе математического планирования. В качестве изучаемых параметров оптимизации были использованы показатели твердости HV_{10} и глубины слоя h . При этом необходимо было подобрать оптимальный режим насыщения, позволяющий обеспечить регламентированный диапазон этих характеристик в пределах 450–650 HV_{10} и 0,15–0,40 мм глубины слоя h . В результате был получен требуемый результат такой химико-термической обработки, включающей после закалки отпуск при 600 °С (в течение 2 ч) и последующее ионное азотирование при 550 °С длительностью 90 мин. Полученные результаты: твердость 645 HV_{10} и глубина слоя 0,165 мм.

Методом рентгеновского дифракционного исследования был выполнен качественный фазовый анализ образцов. В результате ионного азотирования наблюдаются рефлексы, которые можно интерпретировать как полученные отражением от матричной фазы $\alpha\text{-Fe}$ типа FeCr (легированного хромом феррита). Одновременно регистрируются отражения от фаз, отвечающих присутствию нитридных соединений – γ' -фазы (Fe_4N) и более богатой азотом ε -фазы (Fe_3N).

Литература

1. Филиппов М. А., Косицына И. И., Гервасьев М. А. Поверхностная обработка и покрытия в машиностроении. – Екатеринбург : ГОУ ВПО «УГТУ–УПИ», 2009. – 213 с.
2. Гончаренко И. А., Золотухин В. И., Гвоздев А. Е. Основы технологии термической обработки стали. – Тула : Гриф и К, 2006. – 326 с.
3. Ионное азотирование сталей в тлеющем разряде низкого давления / К. Н. Рамазанов, Р. Д. Агзамов, В. В. Будилов, Р. Вафин, Ю. Хусаинов. – М. : Инновационное машиностроение, 2016. – 335 с.
4. Теория и технология азотирования / Ю. М. Лахтин, Я. Д. Коган, Г. Шпис, З. Бемер. – Совмест. изд. – М. : Metallurgiya; Лейпциг : Deutscher Verl. fur Grundstoffindustrie, 1991. – 320 с.
5. Petrova L. G. Internal nitriding of high-temperature steels and alloys // Metal Science and Heat Treatment. – 2001. – Vol. 43, Nos. 1–2. – P. 11–17. – DOI: 10.1023/A:1010405819435.
6. URL: <https://www.spectroscopyonline.com/view/international-centre-diffraction-data> (accessed at: 2016).
7. Бабин А. В., Ракипов Д. Ф. Организация и математическое планирование эксперимента : учебное пособие / Министерство образования и науки Российской Федерации ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б. Н. Ельцина» / под ред. В. А. Лебедева. – Екатеринбург, 2014. – 112 с.
8. Адлер Ю. П., Маркова Е. В., Грановский Ю. В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. – 2-е изд., перераб. и доп. – М. : Наука, 1976. – 279 с.
9. Лахтин Ю. М., Арзамасов Б. Н. Химико-термическая обработка металлов. – М. : Metallurgiya, 1985. – 255 с.
10. Лобанов М. Л., Зорина М. А. Методы определения коэффициентов диффузии : учебное пособие. – Екатеринбург : Издательство Уральского университета, 2017. – 100 с.
11. Мерер Х. Диффузия в твердых телах / пер. с англ. – Долгопрудный : Интеллект, 2011. – 535 с.

Received: 15.10.2023

Revised: 13.12.2023



Accepted: 29.12.2023



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.107-120

A MATRIX EDDY CURRENT TRANSDUCER USING SURFACE MOUNT INDUCTORS

Yu. Ya. Reutov^{a), *}, A. V. Mikhailov^{b)}, and L. V. Mikhailov^{c)}

*M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia*

a)  <https://orcid.org/0000-0002-7847-6004>  asija1@yandex.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0001-9342-8986>  mikhaylov@imp.uran.ru;

c)  mikhaylov_lv@imp.uran.ru

*Corresponding author. Email: asija1@yandex.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russia
Tel.: +7 (343) 378-3674

The paper reports the results of testing the by us developed detachable matrix eddy current transducer designed to detect discontinuities on the surface of thin (tens of micrometers) inspected conductive objects, in particular, electrically conductive coatings of aircraft fuel tanks. The transducer can be useful for other applications, e.g. magnetic tomography. The device consists of 32 miniature inductors series-produced by the electronic industry and allowing you to cover an 80 mm wide band with a 2.5 mm wide test path. The use of inductance coils as magnetic receivers is due to the small thickness of the coatings to be tested. With this thickness, testing is effective only at an operating frequency of hundreds of kilohertz. Otherwise, the sounding magnetic field will not be reflected from the item under inspection. At these frequencies, modern microelectronic magnetic field sensors are inoperable. Scanning was carried out at an operating frequency of about 100 kHz. The scan results were displayed on the monitor of the personal computer. By selecting the operating frequency, the information content of the examination can be increased. The transducer detects the pattern of the copper foil of glass textolite both on the foil side and on the reverse side when the material thickness is 1.5 mm. The foil pattern is also detected through an aluminum foil gasket with a thickness of more than 10 μm . Steel plate surface discontinuities have also been detected, and this can be of interest for in-tube flaw detection. Cheap serial inductors designed for surface mounting take up a minimum of space on the printed circuit board and provide higher inspection resolution compared to coils obtained by printing. The scanning step (2.5 mm) achieved in this device is unique to matrix eddy current transducers. The study demonstrates the practicality and efficiency of using serial miniature inductors in eddy current testing.

Keywords: electrically conductive coating, fuel tank, aircraft, surface eddy current transducer, matrix transducer, inductor, surface printed wiring, discontinuity, surface inspection

Acknowledgment

The reported study was funded by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (theme Diagnostics, No. 122021000030-1).

References

1. GOST 19005-81. The means of the provision of the rocket and rocket-space technology items protection from the static electricity. General requirements for the metallization and earthing. Izdatelstvo Standartov Publ., Moscow, 1981, 38 p.
2. Skvortsov, B.V., Samsonov, A.S., Borminskiy, S.A., and Zhivonosnovskaya, D.M. Theoretical basics for inspection of conducting coatings in aircraft fuel tanks. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2017, 53 (5), 378–386. DOI: 10.1134/S1061830917050084.
3. Skvortsov, B.V., Samsonov, A.S., Borminskiy, S.A., and Zhivonosnovskaya, D.M. Device for conductive coatings quality control of rocket and space technique elements. *Pribery i Metody Izmereniy*, 2019, 10 (1), 23–31. DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-1-23-31. (In Russian).
4. Samsonov, A.S., Blinov, D.I., Skvortsov, B.V., and Zhivonosnovskaya, D.M. Metrological analysis of a device for nondestructive control of flight vehicle fuel tank current conductive coatings. *Vestnik Samarskogo Universiteta, Aerokosmicheskaya Tekhnika, Tekhnologii i Mashinostroenie*, 2017, 16 (3), 197–207. DOI: 10.18287/2541-7533-2017-16-3-197-208. (In Russian).
5. Skvortsov, B.V., Pertsovich, A.S., and Zhivonosnovskaya, D.M. Analysis of the error of the simulator of signature of a thermal object. *Optophysical Measurements*, 2019, 62, 434–441. DOI: 10.1007/s11018-019-01689-9.
6. Sukhanov, D. and Zavyalova, K. Method of multi-angle transmission radiowave tomography of dielectric objects. *Applied Sciences*, 2020, 10 (9), 3270. DOI: 10.3390/app10093270.
7. Eissa, M. and Sukhanov, D.Ya. Design and analysis of multiple-input multiple output (MIMO) system for research purposes. *Doklady TUSUR*, 2022, 25 (2), 22–28. DOI: 10.21293/1818-0442-2022-25-2-22-28. (In Russian).
8. Sukhanov, D.Ya., Goncharik, M.A. Remote control of inductive currents by a system of magnetic coils. *Izvestiya Vuzov. Fizika*, 2012, 55, 8 (2), 159–162. (In Russian).
9. Sukhanov, D.Ya., Berzina, E.S. Magnetic introscopy using array of magnetic field sensors. *Izvestiya Vuzov, Fizika*, 2013, 56, 8 (2), 24–27. (In Russian).
10. Sukhanov, D.Ya. and Goncharik, M.A. Determination of the shape of an electrically conductive object by remote measurements of disturbances of an alternating magnetic field. *Izvestiya Vuzov, Fizika*, 2013, 56, 8 (2), 41–43. (In Russian).
11. Sukhanov, D.Ya. and Sovpel, E.S. A Magnetic induction introscope for flaw detection of metal objects. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2015, 51 (5), 308–314. DOI: 10.1134/S1061830915050095.
12. Dyakin, V.V. and Sandovsky, V.A. *Teoriya i raschet nakladnykh vikhretokovykh preobrazovatelei* [Theory and Calculation of Attached Eddy-Current Transducers]. Nauka Publ., Moscow, 1981, 136 p. (In Russian).
13. Klyuev, V.V., ed. *Nerazrushayushchiy kontrol* [Non-Destructive Testing, vol. 2]. Mashinostroenie Publ., Moscow, 2005, 688 p. (In Russian).
14. Reutov, Yu.Ya. Laid-on eddy current transducer field penetration depth into a studied object. *Elektrichestvo*, 2018, 4, 50–57. DOI: 10.24160/0013-5380-2018-4-50-57. (In Russian).
15. Loskutov, V.E. *Magnitnyi defektoskop dlya obnaruzheniya prodolnykh treshchin v magistralnykh gazoprovodakh* [Magnetic Flaw Detector for Detecting Longitudinal Cracks in Gas Main Pipelines: Cand. Thesis]. Ekaterinburg, 2004, 117 p. (In Russian).
16. Reutov, Yu.Ya. A peculiarity of the magnetization of a ferromagnet by an alternating field. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2020, 6, 35–47. DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.035-047. Available at: http://dream-journal.org/issues/content/article_313.html
17. Zhou, Q., Li, G., Hou, K., Cao, F., and Song, K. Design and experimental study of array eddy current sensor for internal inspection of natural gas pipeline. *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, 2113 012006. DOI: 10.1088/1742-6596/2113/1/012006.
18. Butyrin, P.A., Dubitskii, S.D., and Korovkin, N.V. The use of computer modeling in teaching the electromagnetic field theory. *Elektrichestvo*, 2014, 10, 66–71. (In Russian).

19. Nikitin, A.V., Mikhailov, A.V., Gobov, Yu.L., Kostin, V.N., Smorodinskii, Ya.G. Verification of a technique for reconstructing the shape of defects in soft magnetic ferromagnets using MFL data. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2022, 58 (11), 1111–1117. DOI: 10.1134/S1061830922700036.

Подана в журнал: 15.10.2023

УДК 620.179.147



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.107-120



МАТРИЧНЫЙ ВИХРЕТОКОВЫЙ ПРЕОБРАЗОВАТЕЛЬ С ПРИМЕНЕНИЕМ ИНДУКТИВНОСТЕЙ ПОВЕРХНОСТНОГО МОНТАЖА

Ю. Я. Реутов^{a),*}, А. В. Михайлов^{b)}, Л. В. Михайлов^{b)}

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

*Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, д. 18, г. Екатеринбург, 620108, Россия*

a)  <https://orcid.org/0000-0002-7847-6004>  asija1@yandex.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0001-9342-8986>  mikhaylov@imp.uran.ru;

c)  mikhaylov_lv@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: asija1@yandex.ru

Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, д. 18, г. Екатеринбург, 620108, Россия

Тел: +7 (343) 378-36-74

Описываются результаты испытаний разработанного авторами матричного накладного вихретокового преобразователя, предназначенного для выявления нарушений сплошности поверхности тонких (десятки микрометров) контролируемых проводящих объектов, в частности, электропроводящих покрытий топливных баков летательных аппаратов. Преобразователь может быть полезен и для других применений, например, в магнитной томографии. Устройство состоит из 32 миниатюрных катушек индуктивности, серийно выпускаемых электронной промышленностью, позволяющих охватить контролем полосу шириной 80 мм с шириной дорожки контроля 2,5 мм. Применение в качестве магнитоприемников катушек индуктивности обусловлено малой толщиной контролируемых покрытий. При такой толщине контроль эффективен только при рабочей частоте в сотни килогерц. В противном случае зондирующее магнитное поле не «отразится» от объекта контроля. На таких частотах современные микроэлектронные сенсоры магнитного поля неработоспособны. Сканирование осуществлялось на рабочей частоте около 100 кГц. Результаты сканирования выводились на монитор персонального компьютера. Подбором рабочей частоты можно повысить информативность обследования. Преобразователь выявляет рисунок медной фольги стеклотекстолита как со стороны фольги, так и с обратной стороны при толщине материала 1,5 мм. Рисунок фольги выявляется и через прокладку алюминиевой фольги толщиной более 10 мкм. Выявлены и нарушения сплошности поверхности стальной плиты, что может оказаться полезным во внутритрубной дефектоскопии. Дешевые серийные катушки индуктивности, предназначенные для поверхностного монтажа, занимают минимум места на печатной плате и обеспечивают большую разрешающую способность обследования по сравнению с катушками, получаемыми печатной технологией. Достигнутый в данном устройстве шаг сканирования (2,5 мм) является уникальным для матричных вихретоковых преобразователей. Показана целесообразность и эффективность применения серийных миниатюрных катушек индуктивности в вихретоковом контроле.

Ключевые слова: электропроводящее покрытие, топливный бак, летательный аппарат, накладной вихретоковый преобразователь, матричный преобразователь, катушка индуктивности, поверхностный печатный монтаж, нарушение сплошности, контроль поверхности

1. Введение

В современной технике существует потребность в выявлении нарушений сплошности тонких токопроводящих покрытий на немагнитных непроводящих поверхностях. Например, пластиковые топливные баки летательных аппаратов [1] содержат напыленные проводящие покрытия, предотвращающие появление на их внешних поверхностях зарядов статического электричества. Эти покрытия имеют надежную гальваническую связь с корпусом летательного аппарата и обеспечивают стекание электрических зарядов с поверхности бака. В процессе эксплуатации возможны нарушения сплошности такого покрытия с образованием изолированных островков, что может привести к появлению электрических разрядов, чреватых возгораниями топливных баков. По данной причине необходима [2–5] периодическая проверка сплошности таких покрытий, зачастую недоступных для визуального наблюдения из-за наличия поверх них непроводящего защитного слоя. Существуют и другие области техники [6–11], в которых такие проверки необходимы.

В большинстве случаев желательно обеспечить максимальную локальность обследования, для чего необходимы сенсоры физических величин (например, индукции магнитного поля) минимальных геометрических размеров. Такие сенсоры могут объединяться в линейки, охватывающие всю ширину обследуемого изделия и поступательно перемещаемые вдоль него (осуществляется обследование всей поверхности). Если такие линейки объединить в матрицу, то можно охватить обследованием поверхность изделия, вообще не прибегая к каким-либо перемещениям. Во многих случаях это немаловажно.

Как бы то ни было, требуются не только минимальные размеры самих сенсоров, но и возможности их компактного размещения рядом друг с другом. Для этого необходимо, чтобы каждый сенсор обладал минимальным количеством выводов, обеспечивающих его нормальное функционирование. В противном случае потребуется увеличение площади печатной платы (даже многослойной), необходимой для полноценной связи сенсора с остальными компонентами электронной схемы, что чревато уменьшением реально достижимой плотности размещения сенсоров.

Известны успешные попытки обнаружения нарушений сплошности токопроводящих покрытий с использованием емкостных сенсоров [2–4]. Такой путь решения задачи является перспективным, но не единственным. Альтернативой ему может служить использование накладных вихретоковых преобразователей [12–13], объединенных в матрицу (или хотя бы в линейку). У каждого из этих путей имеются свои достоинства и недостатки. Очевидно, что отдать предпочтение какому-то из них можно лишь по результатам практического использования.

Одной из первых попыток применения для этих целей накладного матричного вихретокового преобразователя можно считать работу [17], в которой использовались плоские катушки индуктивности, выполненные по технологии печатного монтажа. Существенным ограничением здесь, как и в работах [9–11], явились трудности уменьшения габаритов катушек при приемлемых числах витков, вследствие чего не удалось достигнуть желаемой детализации обследования (дискретность не менее 10 мм).

Описанию результатов поисков возможностей создания накладных вихретоковых преобразователей с максимальной плотностью размещения в матричных устройствах контроля и посвящена предлагаемая статья.

2. Материал и методика

2.1. Выбор сенсоров переменного магнитного поля

Существует два варианта построения матричных накладных вихретоковых преобразователей:

а) общий источник переменного магнитного поля, охватывающий всю площадь размещения сенсоров поля, в сочетании с множеством этих сенсоров, воспринимающих вторичные поля, возникающие на локальных участках обследуемой поверхности, и образующих тем самым единый вихретоковый преобразователь;

б) применение множества отдельных параметрических накладных вихретоковых преобразователей, сочетающих функции источников и сенсоров переменного магнитного поля. В данной статье обсуждается второй из указанных вариантов.

Характерной особенностью напыленных токопроводящих покрытий является их малая толщина (единицы и десятки микрометров) и ограниченная удельная электропроводность (20–55 МСм/м).

Если воспользоваться общеизвестной формулой расчета глубины проникновения a переменного магнитного поля в проводящее полупространство [14]

$$a = \sqrt{\frac{1}{\pi \cdot \mu_0 \cdot \mu \cdot \sigma \cdot f}}, \quad (1)$$

где μ_0 – магнитная постоянная, μ – относительная магнитная проницаемость материала полупространства, σ – его удельная электропроводность и f – частота переменного поля, то для алюминиевого покрытия с $\mu = 1$ и $\sigma = 27$ МСм/м при частоте $f = 100$ кГц получаем $a = 24$ мкм. То есть частота переменного поля, применяемого для контроля нарушений сплошности интересующих нас покрытий вихретоковым методом, ориентировочно должна составлять сотни кГц. Применение полей меньших частот окажется неэффективным, поскольку они будут слабо отражаться контролируемым покрытием.

Известны примеры использования микросхемных сенсоров магнитного поля, основанных на эффекте Холла, объединенных в линейку из тысячи таких сенсоров, отстоящих друг от друга на 5 мм и осуществляющих обследование внутренней поверхности магистральных газопроводов по всей окружности трубы диаметром 1,5 метра по методу MFL [15].

Такие сенсоры типа SS495 имеют по три вывода, два из которых обеспечивают питание сенсора постоянным током, а третий выдает информацию в виде постоянного напряжения об индукции и полярности действующего на него магнитного поля. Указанные сенсоры реагируют на индукцию магнитного поля в диапазоне частот от нуля до нескольких тысяч герц. Верхняя граница рабочего диапазона обусловлена свойствами операционного усилителя, примененного в микросхеме сенсора. Такую же верхнюю границу частотного диапазона имеют и более чувствительные сенсоры [1].

Для получения возможности обследовать изделия на более высоких частотах магнитного поля можно применить миниатюрные индукционные катушки, что сделано в работах [8–11]. Достоинством таких сенсоров переменного магнитного поля, наряду с повышенными рабочими частотами (практически неограниченными), является минимальное количество выводов. Их всего два, причем один из них общий («земляной»), что существенно упрощает соединение сенсора с остальной электронной схемой. При этом катушка может сочетать в себе как функцию создания переменного магнитного поля, так и функцию восприятия реакции локального участка обследуемой проводящей поверхности на воздействие этого поля.

Вместе с тем, для обеспечения приемлемого потокосцепления с обследуемым объектом, такая локальная катушка, при минимальных внешних размерах, должна иметь достаточное количество витков, что непросто осуществить даже в многослойной печатной плате. По этой причине изготовление таких катушек печатным способом проблематично, и более подходящим является применение дискретных катушек в виде самостоятельных изделий, устанавливаемых на печатную плату посредством поверхностного монтажа. Поскольку для синтеза линейки, а тем более матрицы сенсоров, требуются десятки и сотни одинаковых миниатюрных катушек, постольку их кустарное индивидуальное изготовление неприемлемо.

Здесь описывается опыт использования дискретных катушек индуктивности, выпускаемых в больших количествах современной электронной промышленностью и широко доступных при невысокой цене, в линейке дискретных накладных вихретоковых преобразователей для выявления локальных неоднородностей на металлических поверхностях.

2.2. Выбор катушек индуктивности, пригодных для использования

Среди широкого ассортимента миниатюрных катушек индуктивности, предназначенных для поверхностного монтажа и выпускаемых современной электронной промышленностью, внимание авторов привлекли катушки марки LQH32MN101K23L типоразмера 1210 на ферритовых сердечниках, обладающие индуктивностью 100 мкГн при габаритах 3,2×2,5×2 мм. На рис. 1 видны контактные площадки для пайки катушки на печатную плату.

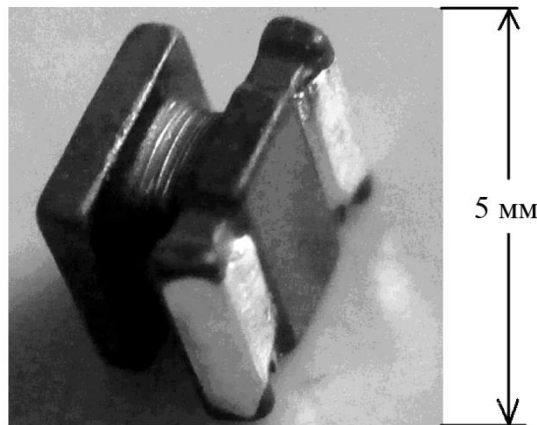


Рис. 1. Миниатюрная катушка индуктивности

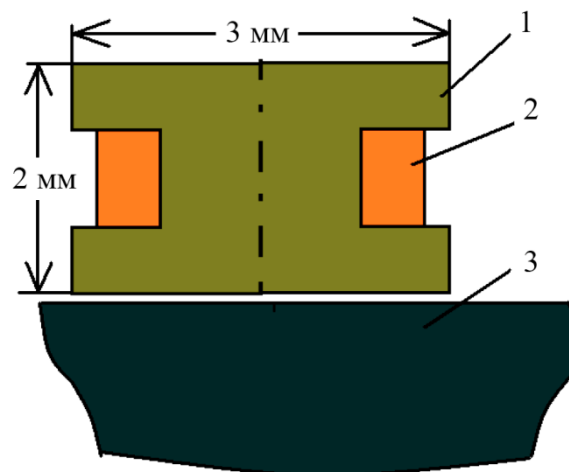


Рис. 2. Эскиз накладного вихретокового преобразователя:
1 – ферритовый сердечник; 2 – обмотка катушки; 3 – объект контроля

Такая катушка, смонтированная на печатную плату, образует миниатюрный накладной вихретоковый преобразователь, создающий в контролируемом изделии локальное намагничивающее переменное поле, ориентированное (в первом приближении) перпендикулярно к его поверхности [14]. Она же преобразует реакцию локального участка проводящей поверхности объекта контроля на переменное магнитное поле в электрический сигнал. Ферритовый сердечник здесь служит не только магнитопроводом, но и каркасом катушки, а также ее несущей конструкцией (рис. 2).

Принимая решение об использовании такой катушки в качестве накладного вихретокового преобразователя, необходимо было выяснить, как форма используемого ферритового магнитопровода скажется на его функционировании. Ведь щечки магнитопровода частично замыкают поток магнитной индукции, создаваемый обмоткой катушки. Было выполнено численное моделирование такой конфигурации катушки в программе Elcut [18]. Эскиз модели показан на рис. 3.

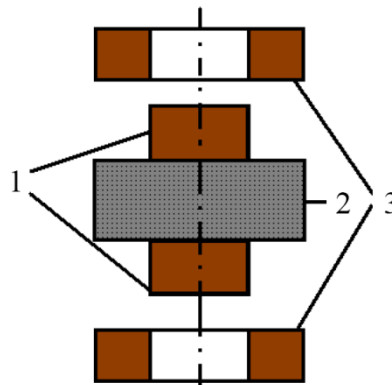


Рис. 3. Эскиз накладного преобразователя при численном моделировании

На нем 1 – ферритовый цилиндрический стержень длиной 20 мм и диаметром 6 мм. Относительная магнитная проницаемость материала стержня принята равной 1000. На стержень нанесена намагничивающая обмотка 2 внешним диаметром 12 мм и длиной 11 мм. Обмотка содержит 100 витков, и по ней пропускается постоянный ток силой 10 мА. На концы стержня могут надеваться две ферритовые шайбы 3 внешним диаметром 12 мм и толщиной 4 мм. Проницаемость материала шайб также принята равной 1000. С помощью этих шайб моделировалось наличие ферритовых щечек сердечника моделируемой катушки (см. рис. 2).

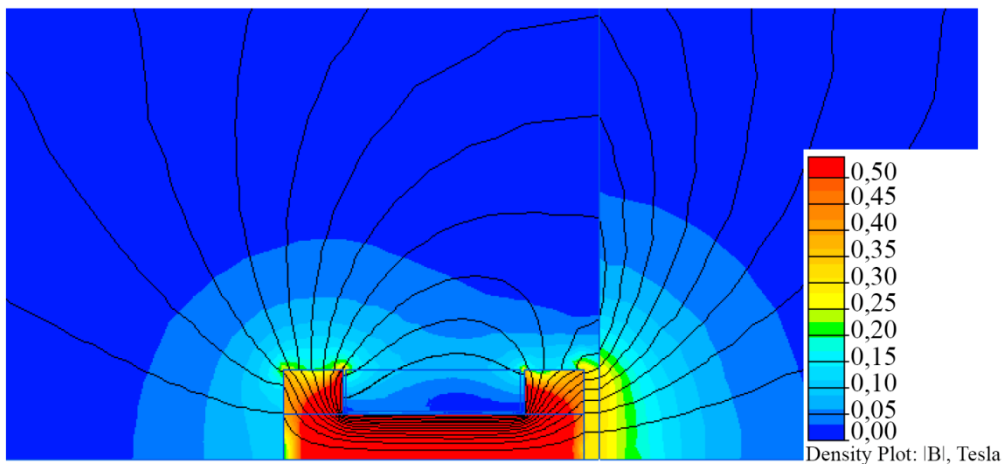


Рис. 4. Распределение магнитной индукции по сечению катушки и стального образца

В отсутствии ферритовых шайб вычисляли поток магнитной индукции через среднее сечение ферритового сердечника в свободном состоянии и при поднесении к его торцу отрезка стального цилиндра диаметром 100 мм и длиной 50 мм с зазором в 1 мм. Проницаемость материала цилиндра также была задана равной 1000. Моделирование показало, что поднесение к устройству стального цилиндра вызывает увеличение потока индукции через сердечник в 1,27 раза. При надевании (условном) ферритовых шайб на концы сердечника

поднесение к его торцу такого же стального цилиндра вызывало приращение потока в 1,34 раза. Результаты моделирования в программе Elcut представлены на рис. 4.

Таким образом, численное моделирование показало, что наличие у ферритового сердечника замыкающих щечек не ухудшает его способности реагировать на приближение ферромагнитного изделия. С учетом результатов моделирования решающими факторами при решении использовать такую катушку в качестве вихретокового преобразователя явились ее миниатюрные размеры и широкая доступность.

2.3. Схема вихретокового преобразователя

Выбранная катушка была включена в состав частото задающего контура осциллятора, схема которого показана на рис. 5. Катушка на рисунке имеет обозначение L. Частота прямоугольных импульсов на выходе осциллятора Out соответствует частоте колебаний контура с катушкой L и меняется с изменением электромагнитных характеристик изделия, к поверхности которого она приложена. Измеряя частоту этих колебаний, можно получить представление об электромагнитных свойствах объекта контроля.

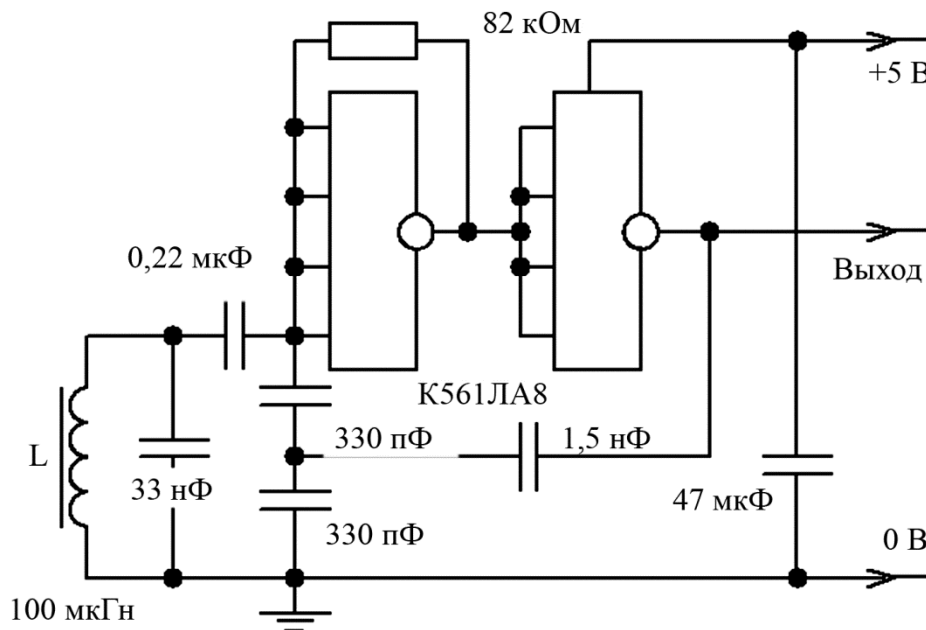


Рис. 5. Электронная схема накладного вихретокового преобразователя

2.4. Матрица вихретоковых преобразователей

Выбранные миниатюрные катушки индуктивности методом поверхностного монтажа объединены в две линейки накладных вихретоковых преобразователей по 16 штук в каждой на плате из фольгированного стеклотекстолита размерами 100×24 мм и толщиной 0,5 мм. Расстояние между соседними катушками в линейке составляет 5 мм. Параллельно первой линейке на расстоянии 5 мм от нее расположена вторая такая же линейка, но сдвинутая относительно первой на 2,5 мм по горизонтали (согласно рис. 6). Тем самым эти две линейки образуют матрицу накладных вихретоковых преобразователей, позволяющих при поступательном перемещении поперек линеек охватить обследованием полосу поверхности объекта контроля шириной 80 мм тридцатью двумя дорожками шириной по 2,5 мм каждая.



Рис. 6. Матрица вихретоковых преобразователей

В непосредственной близости к катушкам на плате смонтированы 32 ключевых транзистора IRLML2502 типоразмера 805. Эти транзисторы в обусловленном порядке включают в состав колебательного контура осциллятора по рис. 5 соответствующую катушку индуктивности, обеспечивая последовательное функционирование каждого из тридцати двух миниатюрных вихретоковых преобразователей. Частота колебаний (порядка 100 кГц), генерируемых вихретоковым преобразователем, измерялась и отправлялась микроконтроллером в последовательный порт персонального компьютера. Этот же микроконтроллер обеспечивал поочередную подачу на переключательные транзисторы отпирающих импульсов.

2.5. Установка для измерений

Разработанный для выполнения измерений программно-аппаратный комплекс [19] состоит из двухосевой механики с шаговыми двигателями лазерного гравера с числовым программным управлением на базе платы с микроконтроллером для обеспечения точного перемещения матрицы вихретоковых преобразователей с управляющей ею платой с микроконтроллером, персонального компьютера (ПК) и программного обеспечения (ПО). Схема оборудования представлена на рис. 7.

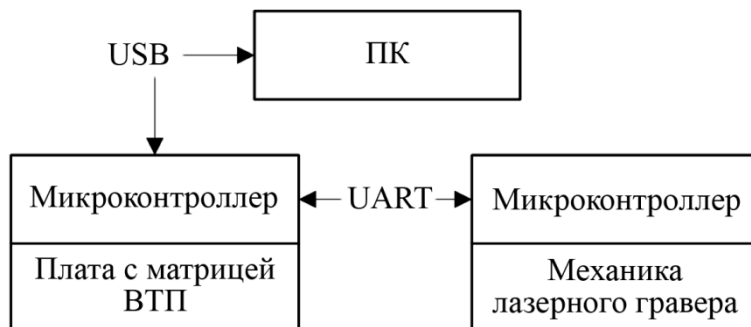


Рис. 7. Схема измерительной установки

В микроконтроллер платы гравера была загружена распространяемая под лицензией GPLv3 прошивка GRBL, которая предоставляет интерфейс управления движением посредством отправки в интерфейс UART микроконтроллера команд G-code. Вместо лазера к каретке гравера был прикреплен алюминиевый профиль, на конце которого располагалась плата матрицы вихретоковых преобразователей с управляющей ею платой с микроконтроллером.

Разработанная прошивка для микроконтроллера, связанного с ПК по USB, получает два типа команд для управления функциональностью оборудования. Первая команда включает конкретную катушку, измеряет и возвращает в ответ частоту тока, протекающего по ней. Вторая команда служит для перенаправления G-code микроконтроллеру управления механикой через встроенный в плату UART. Программное обеспечение для управ-

ления установкой позволяет подключаться к плате, отправлять команды, получать ответ на них, задавать настройки измерения, следить за процессом измерения в реальном времени при помощи вывода тепловой карты, а также сохранять результаты измерения в файл для дальнейшей обработки. Перед началом измерения проводится калибровка: измеряются частоты для каждой катушки в воздухе, эти показания записываются в память и затем используются во время измерения для вычитания этих значений из измеренных над поверхностью исследуемого объекта.

3. Результаты и обсуждение

Для проведения исследований была изготовлена печатная плата 90×180 мм с надписью из медной фольги (рис. 8 *a*). Толщина текстолитовой пластины составляла 1,5 мм, толщина медной фольги – 35 мкм. Высота шрифта равнялась 35 мм. Сканирование проводили в контакте обратной стороны платы матрицы вихретоковых преобразователей с поверхностью платы с надписью.

Данная плата сканировалась со стороны меди и с обратной стороны, а также со стороны меди, скрытой листами алюминиевой фольги. Толщина фольги составляла 17 мкм.

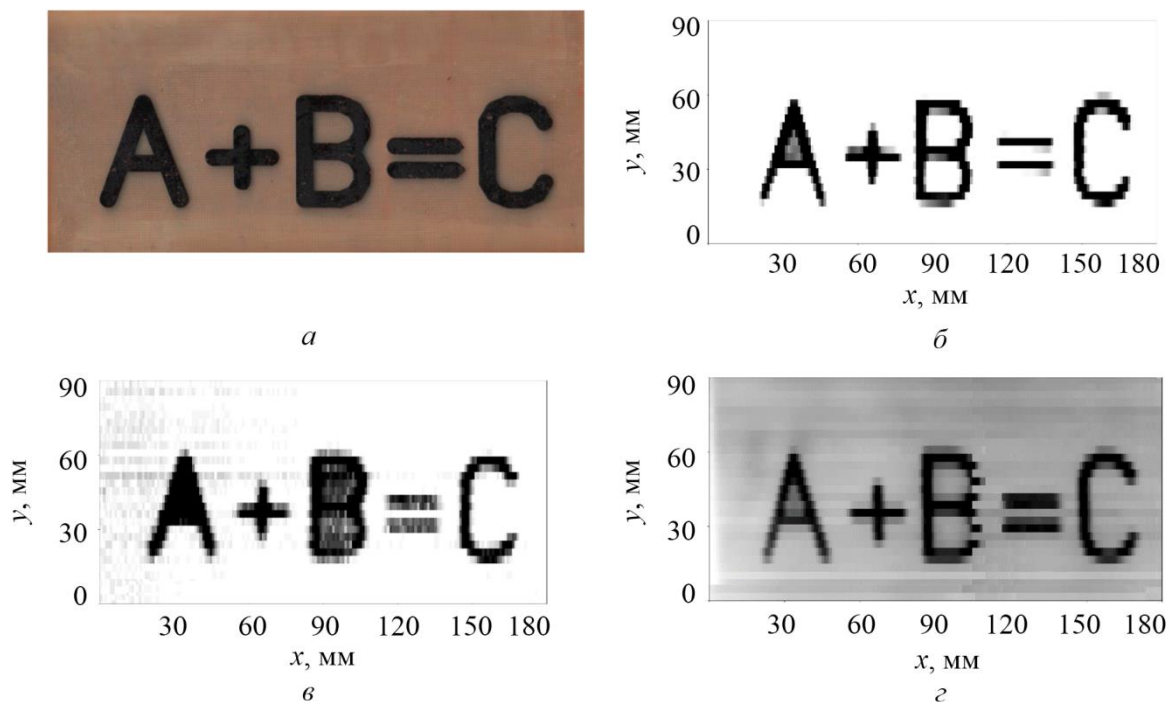


Рис. 8. Изображения результатов сканирования платы с надписью (*a*), полученные со стороны меди (*б*), со стороны стеклотекстолита (*в*) и со стороны меди под листом алюминиевой фольги (*г*)

Из рисунка видно, что увеличение расстояния между преобразователем и сканируемой поверхностью от полутора до двух миллиметров, а также помещение между ними проводящей прокладки из алюминия несущественно влияют на результат сканирования. Видно также, что результат сканирования слабо зависит от взаимной ориентации направления движения матрицы преобразователей при сканировании и направлением линий сканируемого шрифта.

Особый интерес представляет результат эксперимента, при котором медный слой был закрыт листами алюминиевой фольги толщиной 17 мкм. Электрический контакт алюминия с медью при этом был исключен. При частоте порядка 100 кГц медный слой хорошо различим

за одним листом фольги. При увеличении количества листов фольги с одного до пяти наблюдалось постепенное ухудшение выявляемости рисунка медного слоя.

Также подвергали сканированию стальную плиту размером 166×60×6 мм с пятью фрезерованными щелями с раскрытием 0,5 мм и глубинами от 0,5 до 2,5 мм посередине плиты (рис. 9).

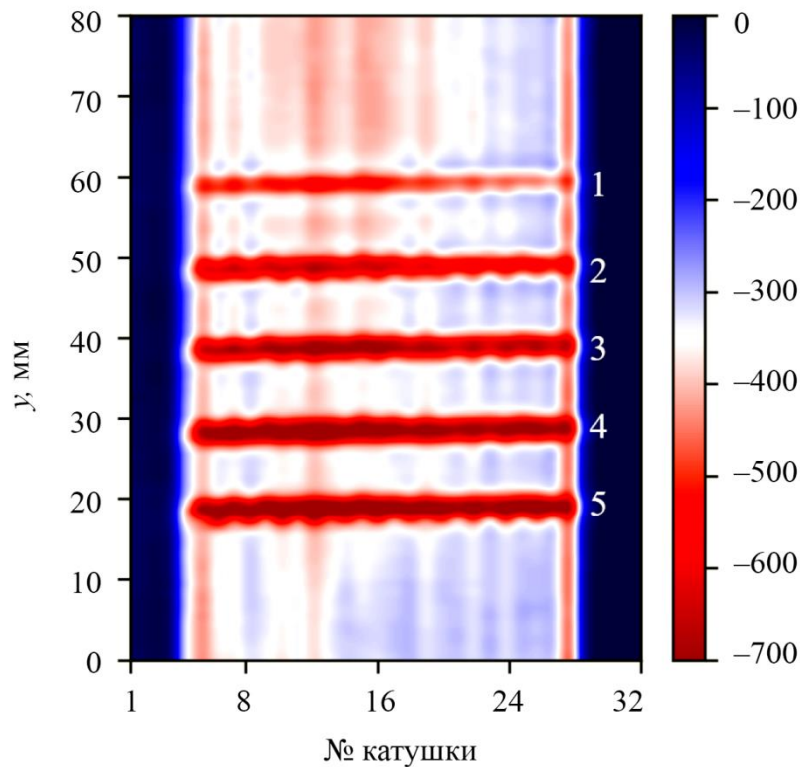


Рис. 9. Результаты сканирования поверхности образца ферромагнитной стали со щелями разных глубин: 1 – 0,5 мм; 2 – 1 мм; 3 – 1,5 мм; 4 – 2 мм; 5 – 2,5 мм

На рис. 9 y – расстояние от нижнего края пластины, а на цветной линейке справа – отклонение частоты осциллятора (Гц), соответствующее цвету. Из рисунка видно, что возможно сканирование и ферромагнитных изделий. При этом наблюдается расширение полученных изображений щелей по мере нарастания их глубины, что в некоторых случаях может оказаться информативным.

4. Заключение

Экспериментально проверены возможности использования выпускаемых радиоэлектронной промышленностью миниатюрных катушек индуктивности для создания матриц накладных вихретоковых преобразователей.

Численным моделированием установлено, что наличие технологических выступов на ферритовом сердечнике катушки не ухудшает реакцию вихретокового преобразователя на дефект сплошности.

Изготовлена и испытана матрица для обнаружения нарушений сплошности поверхности металлических покрытий толщиной в десятки микрометров с шириной полосы сканирования 80 мм при шаге сканирования по ширине 2,5 миллиметра.

Нарушения сплошности обнаруживаются при зазоре между матрицей преобразователей и сканируемой поверхностью до двух миллиметров, а также через слой алюминиевой фольги толщиной в два-три десятка микрометров.

Показана возможность обнаружения матрицей нарушений сплошности поверхности не только диамагнитных, но и ферромагнитных объектов контроля.

Результаты исследования могут быть полезны, в частности, при дефектоскопии токопроводящих покрытий топливных баков летательных аппаратов.

Имеется возможность увеличения информативности контроля выбором частоты колебаний осциллятора благодаря изменениям глубины проникновения зондирующего магнитного поля.

Достигнутый в данном устройстве шаг сканирования (2,5 мм) является уникальным для современных матричных вихретоковых преобразователей.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Диагностика», № 122021000030-1).

Литература

1. ГОСТ 19005–81. Средства обеспечения защиты изделий ракетной и ракетно-космической техники от статического электричества. Общие требования к металлизации и заземлению. – М. : Издательство стандартов, 1981. – 38 с.
2. Theoretical basics for inspection of conducting coatings in aircraft fuel tanks / B. V. Skvortsov, A. S. Samsonov, S. A. Borminskiy, D. M. Zhivonosnovskaya // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2017. – Vol. 53 (5). – P. 378–386. – DOI: 10.1134/S1061830917050084.
3. Устройство контроля качества токопроводящих покрытий элементов ракетно-космической техники / Б. В. Скворцов, А. С. Самсонов, С. А. Борминский, Д. М. Живоносная // Приборы и методы измерений. – 2019. – Т. 10, № 1. – С. 23–31. – DOI: 10.21122/2220-9506-2019-10-1-23-31.
4. Метрологический анализ устройства неразрушающего контроля токопроводящих покрытий топливных баков летательных аппаратов / А. С. Самсонов, Д. И. Блинов, Б. В. Скворцов, Д. М. Живоносная // Вестник Самарского университета. Аэрокосмическая техника, технологии и машиностроение. – 2017. – Т. 16, № 3. – С. 197–207. – DOI: 10.18287/2541-7533-2017-16-3-197-208.
5. Skvortsov B. V., Pertsovich A. S., Zhivonosnovskaya D. M. Analysis of the error of the simulator of signature of a thermal object // Optophysical Measurements. – 2019. – Vol. 62. – P. 434–441. – DOI: 10.1007/s11018-019-01689-9.
6. Sukhanov D., Zavyalova K. Method of multi-angle transmission radiowave tomography of dielectric objects // Applied Sciences. – 2020. – Vol. 10 (9). – P. 3270. – DOI: 10.3390/app10093270.
7. Исса М., Суханов Д. Я. Разработка и анализ системы с множеством излучателей и множеством приёмников для исследовательских целей // Доклады ТУСУР. – 2022. – Т. 25, № 2. – С. 22–28. – DOI: 10.21293/1818-0442-2022-25-2-22-28.
8. Суханов Д. Я., Гончарик М. А. Дистанционное управление индукционными токами // Известия вузов. Физика. – 2012. – Т. 55, № 8 (2). – С. 159–162.
9. Суханов Д. Я., Берзина Е. С. Магнитная интроскопия с использованием решётки датчиков магнитного поля // Известия вузов, Физика. – 2013. – Т. 56, № 8 (2). – С. 24–27.
10. Суханов Д. Я., Гончарик М. А. Определение формы электропроводящего объекта по дистанционным измерениям возмущений переменного магнитного поля // Известия вузов. Физика. – 2013. – Т. 56, № 8 (2). – С. 42–44.
11. Sukhanov D. Ya., Sovpel E. S. A magnetic induction introscope for flaw detection of metal objects // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2015. – Vol. 51 (5). – P. 308–314. – DOI: 10.1134/S1061830915050095.
12. Дякин В. В., Сандовский В. А. Теория и расчет накладных вихретоковых преобразователей. – М. : Наука, 1981. – 136 с.

13. Неразрушающий контроль / под ред. В. В. Клюева. – М. : Машиностроение, 2005. – 688 с. – Т. 2
14. Реутов Ю. Я. Глубина проникновения в изделие поля накладного вихретокового преобразователя // *Электричество*. – 2018. – № 4. – С. 50–57.
15. Лоскутов В. Е. Магнитный дефектоскоп для обнаружения продольных трещин в магистральных газопроводах : дис. ... канд. техн. наук : 05.02.11. – Екатеринбург, 2004. – 117 с.
16. Reutov Yu. Ya. A peculiarity of the magnetization of a ferromagnet by an alternating field // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2020. – Iss. 6. – P. 35–47 – DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.035-047. – URL: http://dream-journal.org/issues/content/article_313.html
17. Design and experimental study of array eddy current sensor for internal inspection of natural gas pipeline / Q. Zhou, G. Li, K. Hou, F. Cao, K. Song // *Journal of Physics: Conference Series*. – 2021. – Vol. 2113. – P. 012006. – DOI:10.1088/1742-6596/2113/1/012006.
18. Бутырин П. А., Дубицкий С. Д., Коровкин Н. В. Использование компьютерного моделирования в преподавании теории электромагнитного поля // *Электричество*. – 2014. – № 10. – С. 66–71.
19. Verification of a technique for reconstructing the shape of defects in soft magnetic ferromagnets using MFL data / A. V. Nikitin, A. V. Mikhailov, Yu. L. Gobov, V. N. Kostin, Ya. G. Smorodinskii // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2022. – Vol. 58 (11). – P. 1111–1117. – DOI: 10.1134/S1061830922700036.

Received: 30.10.2023

Revised: 13.12.2023



Accepted: 29.12.2023


DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.121-131



NON-CONTACT MEASUREMENT OF THE DYNAMIC MAGNETOSTRICTION PARAMETERS OF FERROMAGNETS

E. D. Serbin^{a), *}, V. N. Perov^{b)}, and V. N. Kostin^{c)}

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

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-7767-2230>  serbin@imp.uran.ru;

^{b)}  perovadim22@gmail.com;

^{c)}  <https://orcid.org/0000-0003-4651-5002>  kostin@imp.uran.ru

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

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

Tel.: +7 (343) 378-3625

The magnitude of magnetostriction of a ferromagnetic material largely determines the efficiency of electromagnetic-acoustic transformation and the intensity of magnetoacoustic emission, which are based on the application of alternating magnetic fields. This study shows that laser interferometry allows dynamic magnetostrictive behavior to be measured in an alternating magnetic field. Experiments reveal that dynamic magnetostrictive sensitivity determined from the amplitude of the second harmonic of elastic vibrations in ferromagnetic materials correlates with the value of the maximum magnetostrictive elongation of the studied ferromagnetic materials.

Keywords: ferromagnets, magnetostriction, dynamic magnetostrictive sensitivity, laser interferometry, non-contact measurements

Acknowledgment

The work was performed under a state assignment from the Ministry of Science and Higher Education of Russia (theme Diagnosics, No. 122021000030-1) and partially supported by the youth research project of the IMP UB RAS, No. M8-22.

Reference

1. Belov, K.P. *Magnitostriksionnye yavleniya i ikh tekhnicheskie prilozheniya* [Magnetostriction Phenomena and Their Technical Applications]. Nauka Publ., Moscow, 1987, 158 p. (In Russian).
2. Piotrowski, L., Chmielewski, M., and Augustyniak, B. On the correlation between magnetoacoustic emission and magnetostriction dependence on the applied magnetic field. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2016, 410, 34–40. DOI: 10.1016/j.jmmm.2016.03.018.
3. Kostin, V.N., Guriev, M.A., Vasilenko, O.N., Filatenkov, D.Yu., and Smorodinskii, Ya.G. Amplitude-frequency characteristics of magnetoacoustic emission of heat-treated Fe alloys. *Physical Mesomechanics*, 2013, 16, 103–110. (In Russian).
4. Kostin, V.N., Filatenkov, D.Yu., Chekasina, Yu.A., Vasilenko, O.N., and Serbin, E.D. Features of excitation and detection of magnetoacoustic emission in ferromagnetic objects. *Physical Foundations of Technical Acoustics*, 2017, 63, 237–244. DOI: 10.1134/S1063771017010055.

5. Kostin, V.N., Serbin, E.D., and Vasilenko, O.N. The interrelationships of magnetic and magneto acoustic-emission characteristics of heat-treated steels of various chemical composition. *MATEC Web of Conferences*, 2018, 145, 1–7. DOI: 10.1051/mateconf/201814505005.
6. Wang, P., Li, Y., Yao, E., Chady, T., Shi, Y., and Han, F. Method of measuring the mechanical properties of ferromagnetic materials based on magnetostriction EMAT and sound velocity. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2022, 555 (7), 169375. DOI: 10.1016/j.jmmm.2022.169375.
7. Ren, W., Xu, K., and Zhou, P. Fast measurement of magnetostriction coefficients for silicon steel strips using magnetostriction-based EMAT. *Sensors*, 2018, 18 (12), 4495, 1–13. DOI: 10.3390/s18124495.
8. Sun, C.Z., Sinclair, A., and Filleter, T. Influence of magnetostriction induced by the periodic permanent magnet electromagnetic acoustic transducer (PPM EMAT) on steel. *Sensors*, 2021, 21, 7700. DOI: 10.3390/s21227700.
9. Chechernikov, V.I. *Magnitnye izmereniya* [Magnetic Measurements]. Izdatelstvo Moskovskogo Universiteta, Moscow, 1969, 387 p. (In Russian).
10. Varghese, R., Viswan, R., Joshi, K., Seifikar, S., Zhou, Y., Schwartz, J., and Priya, S. Magnetostriction measurement in thin films using laser Doppler vibrometry. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2014, 363, 179–187. DOI: 10.1016/j.jmmm.2014.03.076.
11. Serbin, E.D. and Kostin, V.N. On the possibility of evaluating magnetostriction characteristics of bulk ferromagnets based on their magnetic properties. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2019, 55, 378–383. DOI: 10.1134/S1061830919050103.
12. Povolotskaya, A.M. and Mushnikov, A.N. Effect of plastic deformation on the magnetic parameters and magnetostriction of the 20GN steel. *Procedia Structural Integrity*, 2022, 40, 359–364. DOI: 10.1016/j.prostr.2022.04.048.
13. Salloum, E., Maloberti, O., Panier, S., Nesser, M., Klimczyk, P., and Fortin, J. Identification of magnetic induced strain of electrical steels using non-destructive acceleration measurement and inverse vibration modeling. *Journal of Sound and Vibration*, 2021, 492, 115806. DOI: 10.1016/j.jsv.2020.115806.
14. Dou, Y., Li, Y., Yue, S., Li, Y., and Zhu, J. Measurement of alternating and rotational magnetostrictions of non-oriented silicon steel sheets. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2023, 571, 170566. DOI: 10.1016/j.jmmm.2023.170566.
15. Ghalamestani, S.G., Vandeveld, L., Dirckx, J.J.J., Melkebeek, J.A.A. Magnetostriction and the advantages of using noncontact measurements. *AIP Conference Proceedings*, 2010, 1253 (1), 171–175. DOI: 10.1063/1.3455455.
16. Salazar, F., Bayón, A., and Chicharro, J.M. Measurement of magnetostriction coefficient λ_s by speckle photography. *Optics Communications*, 2009, 282 (4), 635–639. DOI: 10.1016/j.optcom.2008.10.052.
17. Vladimirov, A.P. Time-average dynamic speckle interferometry. *AIP Conf. Proc.*, 2014, 1600, 237–242. DOI: 10.1063/1.4879588.
18. Kostin, V.N., Serbin, E.D., Vladimirov, A.P., and Rogova, E.A. Non-contact measurement of magnetostriction of ferromagnetic materials by laser interferometry and speckle interferometry. *Procedia Structural Integrity*, 2023, 50, 151–154. DOI: 10.1016/j.prostr.2023.10.035.
19. Bellesis, G.H., Harlee, P.S., Renema, A., Lambeth, D.N. Magnetostriction measurement by interferometry. *IEEE Transactions on Magnetics*, 1993, 29 (6), 2989–2991. DOI: 10.1109/20.281096.
20. Kim, M.H., Lee, K.S., and Lim, S.H. Magnetostriction measurements of metallic glass ribbon by fiber-optic Mach–Zehnder interferometry. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1999, 191 (1–2), 107–112.
21. Samata, H., Nagata, Y., Uchida, T., and Abe, S. New optical technique for bulk magnetostriction measurement. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2000, 212, 355–360. DOI: 10.1016/S0304-8853(99)00832-X.



22. Siebert, S., Kajiwara, C., Fujiwara, K., and Klimczyk, P. Establishment of the standard method of magnetostriction measurement of grain-oriented electrical steel strip and sheet. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2023, 565, 170295. DOI: 10.1016/j.jmmm.2022.170295.
23. Muravyev, V.V., Volkova, L.V., Platunov, A.V., and Kulikov, V.A. An electromagnetic-acoustic method for studying stress-strain states of rails. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2016, 52, 370–376. DOI: 10.1134/S1061830916070044.
24. Muravyev, V.V., Muravyeva, O.V., and Petrov, K.V. Contactless electromagnetic acoustic techniques of diagnostics and assessment of mechanical properties of steel rolled bars. *Materials Physics and Mechanics*, 2018, 38 (1), 48–53. DOI: 10.18720/MPM.3812018_7.
25. Serbin, E.D., Kostin, V.N., Vasilenko, O.N., Ksenofontov, D.G., Gerasimov, E.G., Terentyev, P.B. Influence of the two-stage plastic deformation on the complex of the magnetoacoustic characteristics of low-carbon steel and diagnostics of its structural state. *NDT&E International*, 2020, 116 (7), 102330. DOI: 10.1016/j.ndteint.2020.102330.
26. Kostin, V.N. Irreversible remagnetization of polycrystalline ferromagnets on the asymmetric hysteresis loops and its use in nondestructive testing. *Defektoskopiya*, 1989, 9, 68–76. (In Russian).
27. Serbin, E.D. Program for calculating the magnetostrictive sensitivity of ferromagnetic materials “MgntstrSens”, R.F. Certificate of State Registration 2023660788. (In Russian).
28. Vonsovsky, S.V. and Shur, Ya.S. *Ferromagnetizm* [Ferromagnetism]. Gostekhizdat Publ., Moscow–Leningrad, 1948, 816 p. (In Russian).
29. Bozorth R. *Ferromagnetism*, Wiley-IEEE Press, NJ, 1993, 992 p.


Подана в журнал: 30.10.2023
УДК 620.179.14
DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.121-131



БЕСКОНТАКТНОЕ ИЗМЕРЕНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ МАГНИТОСТРИКЦИОННЫХ ПАРАМЕТРОВ ФЕРРОМАГНЕТИКОВ

Е. Д. Сербин^{а),*}, В. Н. Перов^{б)}, В. Н. Костин^{в)}

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов им. М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Софьи Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620108, Россия*

^{а)}  <https://orcid.org/0000-0002-7767-2230>  serbin@imp.uran.ru;

^{б)}  perovadim22@gmail.com;

^{в)}  <https://orcid.org/0000-0003-4651-5002>  kostin@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: serbin@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия
Тел.: +7 (343) 378-36-25

Величина магнитострикции ферромагнитного материала в существенной степени определяет эффективность электромагнитно-акустического преобразования и интенсивность магнитоакустической эмиссии, которые основаны на приложении переменных магнитных полей. В данной работе показано, что в переменном магнитном поле возможно измерение динамических магнитострикционных характеристик с помощью лазерной интерферометрии. Экспериментально установлено, что определяемая по амплитуде второй гармоники упругих колебаний ферромагнетиков динамическая магнитострикционная чувствительность коррелирует с величиной максимального магнитострикционного удлинения исследованных ферромагнитных материалов.

Ключевые слова: ферромагнетики, магнитострикция, динамическая магнитострикционная чувствительность, лазерная интерферометрия, бесконтактные измерения

1. Введение

Измерение магнитострикции и магнитострикционных характеристик ферромагнетиков не теряет своей актуальности. В частности, магнитострикция определяет шумовые характеристики магнитопроводов и уровень удельных потерь на перемагничивание [1]. Кроме того, магнитострикция существенным образом определяет уровень сигнала магнитоакустической эмиссии [2–5] и эффективность электромагнитно-акустического преобразования (ЭМАП) [6–8] в ферромагнитном материале. Методы измерения магнитострикции можно разделить на прямые и косвенные, когда измеряется непосредственно деформация материала, либо когда проводятся косвенные измерения какого-либо другого физического свойства, зависящего от деформации [1–11]. Широко распространены контактные методики измерения магнитострикции с помощью тензорезисторов [12–14], однако бесконтактные методики более устойчивы к влиянию температуры и магнитного поля, а также могут проводиться с большей скоростью [15]. Примером таких методик могут быть лазерная интерферометрия [15], спекл-интерферометрия [16–18] и интерферометрия с применением оптоволоконных решеток Брэгга [19, 20].

Подавляющее большинство существующих работ направлено на развитие измерений магнитострикционных характеристик электротехнических и трансформаторных сталей [6, 9, 15, 21], а также тонких ферромагнитных пленок [19–22], обладающих высокой магнитострикцией. Однако в связи с развитием электромагнитно-акустической дефектоскопии [8, 23, 24] все

более актуальным становится определение магнитоотрицательных характеристик реальных ферромагнитных объектов (стальные трубы, рельсы и т. д.). Кроме того, бесконтактное измерение малых упругих колебаний необходимо для практического применения спектральных параметров магнитоакустической эмиссии при структурографии ферромагнитных объектов [2–5, 25]. Поскольку электромагнитно-акустическое преобразование и возбуждение магнитоакустической эмиссии требуют воздействия на испытываемые объекты переменного или импульсного магнитного поля, а также зачастую неоднородных магнитных полей, то наибольший интерес представляет определение возможности бесконтактного измерения динамических магнитоотрицательных характеристик материалов и объектов, что является целью настоящей работы.

2. Образцы и методика измерений

Для отработки методики бесконтактных измерений магнитоотрицательных параметров были выбраны образцы ферромагнитных материалов с различными магнитными и магнитоотрицательными характеристиками. Конечные размеры всех образцов после шлифования с малой подачей круга составили $3,8 \times 6,1 \times 86,2$ мм. Торцевые поверхности образцов дополнительно не обрабатывались.

Таблица

Магнитные свойства исследуемых образцов

Материал	H_C , А/м	M_S , А/см	μ_a	μ_{max}	b_0 , м/А	λ_{max}^+ , 10^{-6}	λ_s , 10^{-6}
Сталь 9ХФ	1 980	13 800	37	210	0,022	0,4	-1,8
Сталь 75Г	780	15 700	66	460	0,14	0,8	-6,6
Сталь 30ХГСА	750	15 860	92	490	0,39	2,1	-1,2
Сталь 09Г2	280	16 300	110	1300	3,3	2,7	-4,5
Армко-Fe	85	17 300	270	2800	14,0	4,1	-12
Пермендюр	129	18 650	450	1400	0,83	–	58
Никель	350	4930	102	540	0,57	–	-35

Кривые намагничивания и предельные петли гистерезиса образцов были измерены в замкнутой цепи с помощью измерительного комплекса Remagraph C-500 производства фирмы Magnet-Physik Dr. Steingroever GmbH, Германия (<http://www.magnet-physik.de/1.html>). Максимальная величина намагничивающего поля равнялась 50 кА/м. Погрешность измерения намагниченности не превышала 2 %, а погрешность измерения поля – 1 %. Параметры предельной петли гистерезиса и магнитные свойства образцов, характеризующие динамику процессов их намагничивания, приведены в таблице, где H_C – коэрцитивная сила; M_S – намагниченность насыщения; μ_a – начальная магнитная проницаемость; μ_{max} – максимальная магнитная проницаемость; b_0 – коэффициент Рэлея вблизи размагниченного состояния [26].

Измерение полевых зависимостей магнитоотрицательности $\lambda(H)$ выполнено в однородном квазистатически изменяющемся магнитном поле соленоида посредством выносного индукционного датчика. Погрешность измерения величины λ не превышала 10 %. В таблице приведены значения магнитоотрицательных параметров λ_{max}^+ (максимум относительной величины удлинения образца) и λ_s (магнитоотрицательность насыщения) исследованных образцов.

Для измерения возникающих при перемагничивании упругих колебаний образцы закреплялись в специально изготовленном держателе из дюралюминия, позволяющем зажимать образцы с боковых поверхностей винтами с упором одной из торцевых поверхностей образца. Держатель образца помещался в соленоид с исключением механического контакта между держателем и стенками соленоида. Бесконтактное измерение магнитоотрицательного изменения размеров образцов производилось с помощью лазерного сканирующего вибрметра

PSV-500-HV (Polytec GmbH, Германия), реализующего схему интерферометра Маха – Цандера. Лазерный луч виброметра направляли на свободную торцевую поверхность образца и производили фокусировку и настройку луча лазера. Измерение колебаний производили в режиме быстрого преобразования Фурье с регистрацией спектра колебаний в полосе частот от 4 до 10 Гц. Количество линий Фурье-спектра – 6400, частота дискретизации – 250 Гц, разрешение по частоте – 15,6 мГц. Общий вид основных компонентов измерительной установки приведен на рис. 1.

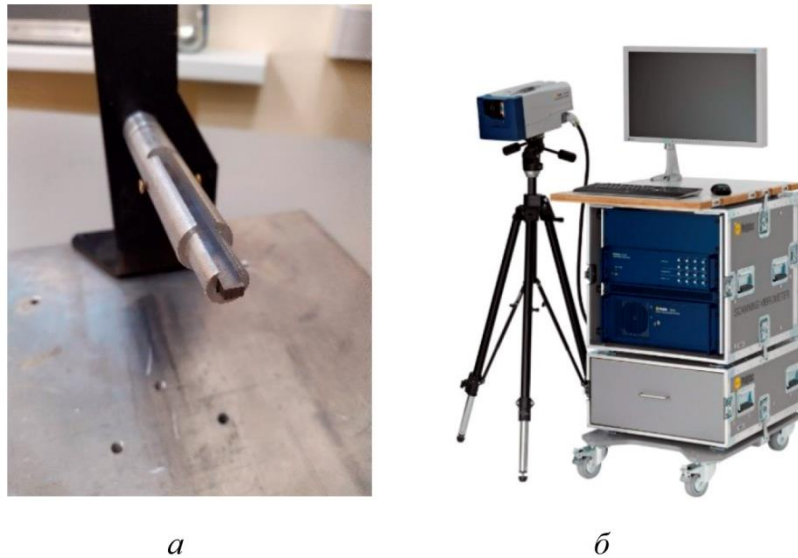


Рис. 1. Основные компоненты измерительной установки: держатель образца (*а*); сканирующий лазерный виброметр PSV-500-HV (*б*)

Область однородного поля в соленоиде была не более 0,5 см, т. е. измерения проводились в неоднородном поле. Переменное магнитное поле H_t соленоида изменялось по синусоидальному закону с частотой $f_t = 4,5$ Гц. Выбор частоты поля был обусловлен необходимостью получения наибольшей амплитуды магнитострикционных колебаний [4]. Кроме того, данная частота лежит вне зашумленных областей спектра (см. рис. 2). Представленные на рис. 2 спектры колебаний двух различных образцов показывают, что магнитострикционное изменение размеров ферромагнетиков на частоте 9 Гц во много раз превосходит по величине амплитуду колебаний, вызванных пондеромоторным эффектом, которые регистрируются на частоте переменного поля 4,5 Гц. В области 5 Гц присутствуют низкочастотные шумы, которые, судя по их изменению в течение суток, являются колебаниями несущих конструкций здания, принимаемыми штативом виброметра и станиной установки. Тем не менее, амплитуда шумовых колебаний при проведении измерений не превышала 3 % от амплитуды информативного сигнала, а на частотах 4,5 и 9 Гц амплитуда шума была близка к нулю.

Поскольку ранее в работах [3, 4, 18] было показано, что в переменном поле изменение линейных размеров образца на удвоенной частоте перемангничивающего поля связано с магнитострикционным изменением размеров, то в настоящей работе относительная амплитуда колебаний длины (δl_{2f_t}) на второй гармонике поля (т. е. на частоте 9 Гц) была принята в качестве основной динамической магнитострикционной характеристики образцов.

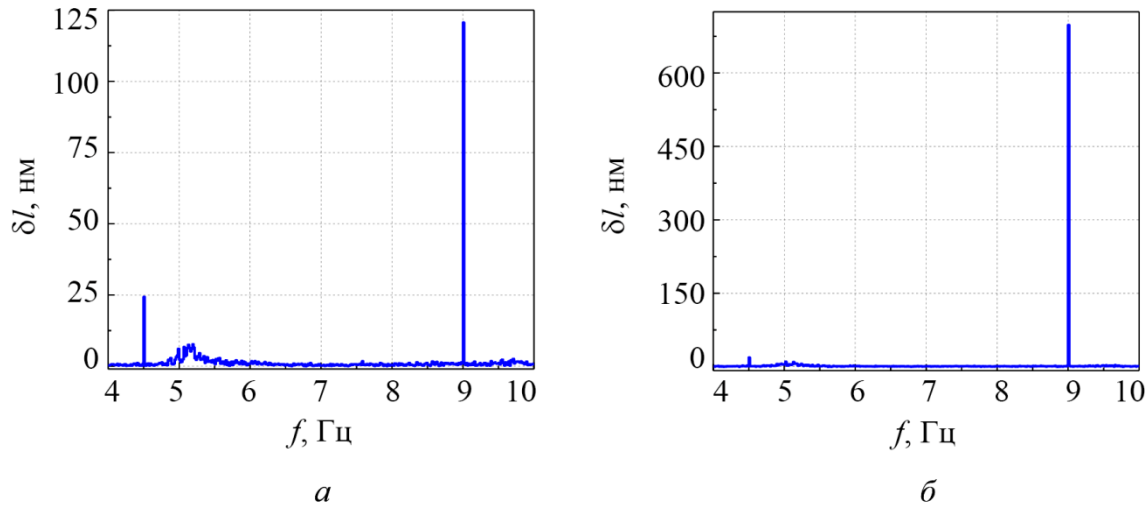


Рис. 2. Спектры колебаний линейных размеров ферромагнетиков в переменном магнитном поле: сталь 30ХГСА (а); никель (б)

Значения средней $(\delta l_{2fr}/dH_r)_{avg}$ (см. рис. 3 а) и максимальной $(\delta l_{2fr}/dH_r)_{max}$ (рис. 3 б) динамических магнитострикционных чувствительностей были рассчитаны с помощью программы MngtstrSens [27] по полевым зависимостям магнитострикции, измеренным с помощью лазерного сканирующего вибрметра PSV-500-HV. Программа MngtstrSens позволяет рассчитывать максимальное и среднее значения магнитострикционной чувствительности по полевым зависимостям магнитострикции посредством построения касательных с максимальным наклоном и через начало координат соответственно. При расчете динамической магнитострикционной чувствительности в качестве значений магнитострикции выступает амплитуда гармоники с частотой, равной удвоенной частоте перемагничивания (δl_{2fr}).

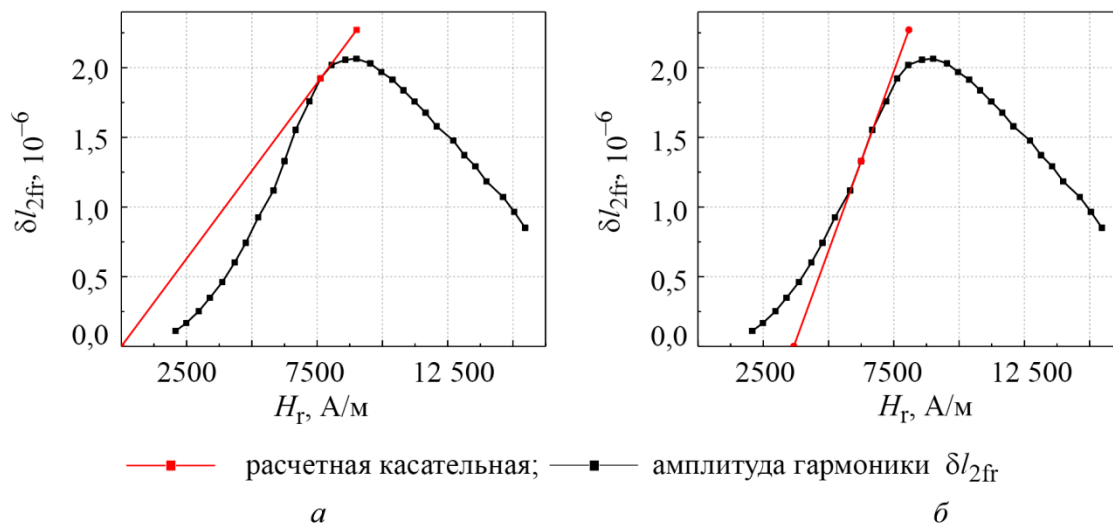


Рис. 3. К определению средней (а) и максимальной (б) динамической магнитострикционной чувствительности (на примере Армко-Fe)

3. Экспериментальные результаты и их интерпретация

На рис. 4 а представлены полевые зависимости магнитострикции пермендюра и никеля, измеренные методом выносного индукционного датчика, а на рис. 4 б – зависимости амплитуды изменения размеров образцов δl_{2fr} от амплитуды переменного поля H_r . Как следует

из рис. 4 *a*, полевые зависимости статической магнитострикции этих материалов согласуются с известными данными [28, 29].

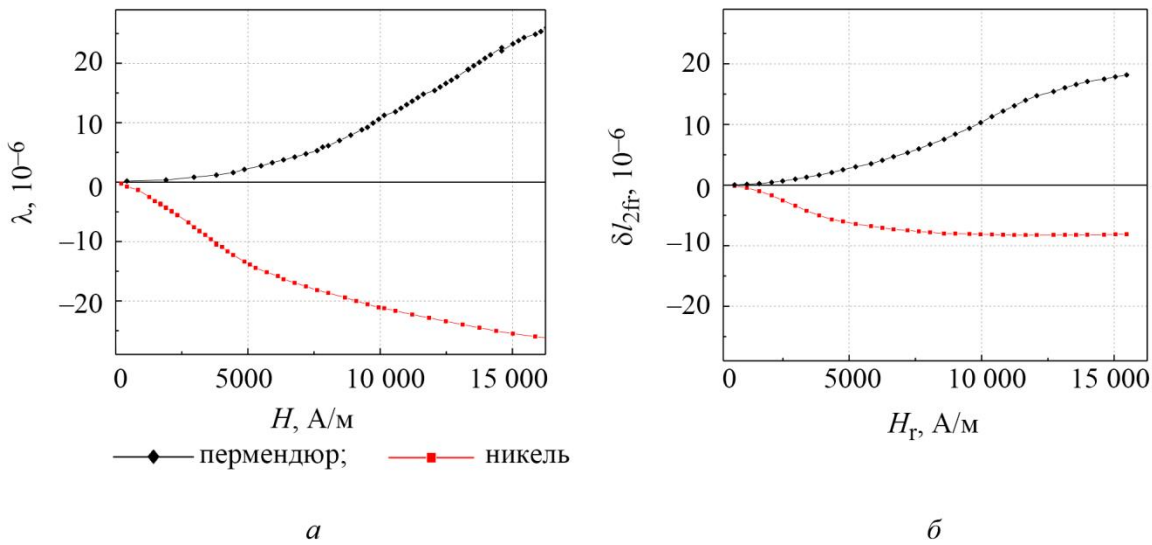


Рис. 4. Полевые зависимости статической магнитострикции λ пермендюра и никеля, измеренные посредством выносного индукционного датчика (*a*), и полевые зависимости амплитуды изменения размеров образцов δl_{2fr} , измеренные с помощью лазерного виброметра (*б*)

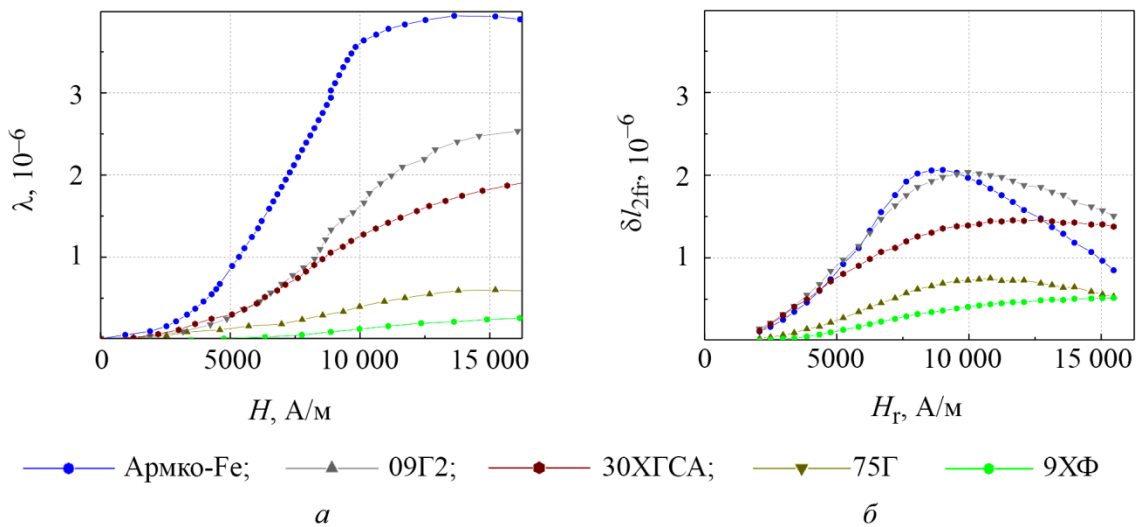


Рис. 5. Полевые зависимости статической магнитострикции λ сталей различного химического состава, измеренные посредством выносного индукционного датчика (*a*), и полевые зависимости амплитуды изменения размеров образцов δl_{2fr} , измеренные с помощью лазерного виброметра (*б*)

Для пермендюра величина δl_{2fr} растет при увеличении амплитуды перемагничивающего поля до $H_r \approx 10000$ А/м, причем δl_{2fr} и λ близки по величине для одинаковых значений квазистатического и переменного полей. То есть величины $(\delta l_{2fr}/dH_r)_{avg}$ и $d\lambda/dH$ ведут себя одинаково. Однако при полях $H_r > 10000$ А/м рост величины δl_{2fr} начинает отставать от роста λ .

Уменьшение длины образца из никеля в переменном поле сразу отстает по величине от уменьшения λ в квазистатическом поле, а в поле $H_r \approx 8000$ А/м зависимость $\delta l_{2fr}(H_r)$ выходит на насыщение. Максимальное значение δl_{2fr} не превышает 30 % от величины λ_s никеля.

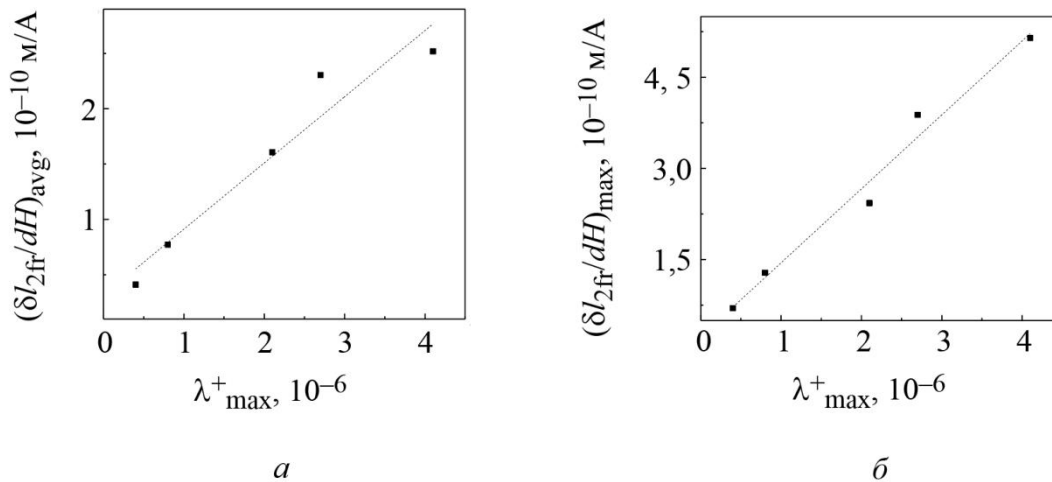


Рис. 6. Зависимости средней (а) и максимальной (б) динамической магнитострикционной чувствительности сталей от величины их положительного максимума магнитострикции

На рис. 5 приведены зависимости $\lambda(H)$ и $\delta l_{2fr}(H_r)$ для ряда сталей различного химического состава. Можно увидеть, что при росте полей H и H_r до значений порядка 7000 А/м величина δl_{2fr} превосходит величину λ для всех сталей, а для Армко-Fe эти величины сопоставимы. При дальнейшем увеличении амплитуды H_r рост величины δl_{2fr} резко замедляется для всех сталей. При $H_r > 12000$ А/м величина δl_{2fr} снижается для всех материалов, кроме стали 9ХФ.

Определенные в соответствии с рис. 3 зависимости средней $(\delta l_{2fr}/dH_r)_{\text{avg}}$ (а) и максимальной $(\delta l_{2fr}/dH_r)_{\text{max}}$ (б) динамической магнитострикционной чувствительности сталей от величины их положительного максимума магнитострикции (таблица) представлены на рис. 6. Квадрат коэффициента линейной корреляции величин $(\delta l_{2fr}/dH_r)_{\text{avg}}$ и λ_{max}^+ равен $R^2 = 0,91$, а для величин $(\delta l_{2fr}/dH_r)_{\text{max}}$ и λ_{max}^+ следует $R^2 = 0,97$. Таким образом, среднее и максимальное значения динамической магнитострикционной чувствительности сталей хорошо коррелируют с величиной максимального удлинения исследованных сталей.

Как видно из рис. 5 и 6, выход на насыщение и уменьшение динамической магнитострикционной чувствительности $\delta l_{2fr}/dH_r$ происходит при меньших значениях перемагничивающего поля H_r , чем для статической магнитострикции λ . В наибольшей степени это характерно для материалов с высокой магнитной восприимчивостью (пермендюр, никель, Армко-Fe). Поэтому логично связать такое поведение величины $\delta l_{2fr}/dH_r$ со скин-эффектом, когда промагничивается не все сечение образца. Второй возможной причиной может быть использование неоднородного переменного поля, когда поле на концах образца существенно меньше, чем поле в центре, и это различие должно увеличиваться по мере роста намагниченности [7].

4. Заключение

Показана возможность бесконтактного измерения низкочастотных упругих колебаний, возникающих при перемагничивании ферромагнетиков с помощью лазерной интерферометрии. Установлено, что определяемые по амплитуде второй гармоники упругих колебаний образца среднее и максимальное значения динамической магнитострикционной чувствительности сталей коррелируют с величиной максимального магнитострикционного удлинения исследованных сталей и могут быть характеристиками динамической магнитострикции материалов.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Диагностика», номер госрегистрации 122021000030-1) при частичной поддержке молодежного научного проекта ИФМ УрО РАН № М8-22.

Литература

1. Белов К. П. Магнитострикционные явления и их технические приложения. – М. : Наука, 1987. – 160 с.
2. Piotrowski L., Chmielewski M., Augustyniak B. On the correlation between magnetoacoustic emission and magnetostriction dependence on the applied magnetic field // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2016. – Vol. 410. – P. 34–40. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2016.03.018.
3. Амплитудно-частотные характеристики магнитоакустической эмиссии термообработанных сплавов железа / В. Н. Костин, М. А. Гурьев, О. Н. Василенко, Д. Ю. Филатенков, Я. Г. Смородинский // Физическая мезомеханика. – 2013. – Т. 16. – С. 103–110.
4. Features of excitation and detection of magnetoacoustic emission in ferromagnetic objects / V. N. Kostin, D. Yu. Filatenkov, Yu. A. Chekasina, O. N. Vasilenko, E. D. Serbin // Physical Foundations of Technical Acoustics. – 2017. – Vol. 63. – P. 237–244. – DOI: 10.1134/S1063771017010055.
5. Kostin V. N., Serbin E. D., Vasilenko O. N. The interrelationships of magnetic and magnetoacoustic-emission characteristics of heat-treated steels of various chemical composition // MATEC Web of Conferences. – 2018. – Vol. 145. – P. 1–7. – DOI: 10.1051/mateconf/201814505005.
6. Method of measuring the mechanical properties of ferromagnetic materials based on magnetostriction EMAT and sound velocity / P. Wang, Y. Li, E. Yao, T. Chady, Y. Shi, F. Han // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2022. – Vol. 555, No. 7. – P. 169375. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2022.169375.
7. Ren W., Xu K., Zhou P. Fast measurement of magnetostriction coefficients for silicon steel strips using magnetostriction-based EMAT // Sensors. – 2018. – No. 18 (12). – P. 4495. – DOI: 10.3390/s18124495.
8. Sun C. Z., Sinclair A., Filleter T. Influence of magnetostriction induced by the periodic permanent magnet electromagnetic acoustic transducer (PPM EMAT) on steel // Sensors. – 2021. – Vol. 21. – P. 7700. – DOI: 10.3390/s21227700.
9. Чечерников В. И. Магнитные измерения. – М. : Изд-во МГУ, 1969. – 387 с.
10. Magnetostriction measurement in thin films using laser Doppler vibrometry / R. Varghese, R. Viswan, K. Joshi, S. Seifikar, Y. Zhou, J. Schwartz, S. Priya // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2014. – Vol. 363. – P. 179–187. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2014.03.076.
11. Serbin E. D., Kostin V. N. On the possibility of evaluating magnetostriction characteristics of bulk ferromagnets based on their magnetic properties // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2019. – Vol. 55. – P. 378–383. – DOI: 10.1134/S1061830919050103.
12. Povolotskaya A. M., Mushnikov A. N. Effect of plastic deformation on the magnetic parameters and magnetostriction of the 20GN steel // Procedia Structural Integrity. – 2022. – Vol. 40. – P. 359–364. – DOI: 10.1016/j.prostr.2022.04.048.
13. Identification of magnetic induced strain of electrical steels using non-destructive acceleration measurement and inverse vibration modeling / E. Salloum, O. Maloberti, S. Panier, M. Nesser, P. Klimczyk, J. Fortin // Journal of Sound and Vibration. – 2021. – Vol. 492. – P. 115806. – DOI: 10.1016/j.jsv.2020.115806.
14. Measurement of alternating and rotational magnetostrictions of non-oriented silicon steel sheets / Y. Dou, Y. Li, S. Yue, Y. Li, J. Zhu // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2023. – Vol. 571. – P. 170566. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2023.170566.

15. Magnetostriction and the advantages of using noncontact measurements / S. G. Ghalamestani, L. Vandeveld, J. J. J. Dirckx, J. A. A. Melkebeek // AIP Conference Proceedings. – 2010. – Vol. 1253, iss. 1. – P. 171–175. – DOI: 10.1063/1.3455455.
16. Salazar F., Bayón A., Chicharro J. M. Measurement of magnetostriction coefficient λ_s by speckle photography // Optics Communications. – 2009. – Vol. 282 (4). – P. 635–639. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2023.170566.
17. Vladimirov A. P. Time-average dynamic speckle interferometry // AIP Conf. Proc. – 2014. – Vol. 1600. – P. 237–242. – DOI: 10.1063/1.4879588.
18. Non-contact measurement of magnetostriction of ferromagnetic materials by laser interferometry and speckle interferometry / V. N. Kostin, E. D. Serbin, A. P. Vladimirov, E. A. Rogova // Procedia Structural Integrity. – 2023. – Vol. 50. – P. 151–154. – DOI: 10.1016/j.prostr.2023.10.035.
19. Magnetostriction measurement by interferometry / G. H. Bellesis, P. S. Harlee, A. Renema, D. N. Lambeth // IEEE Transactions on Magnetics. – 1993. – Vol. 29, No. 6. – P. 2989–2991. – DOI: 10.1109/20.281096.
20. Kim M. H., Lee K. S., Lim S. H. Magnetostriction measurements of metallic glass ribbon by fiber-optic Mach–Zehnder interferometry // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 1999. – 191. – P. 107–112.
21. New optical technique for bulk magnetostriction measurement / H. Samata, Y. Nagata, T. Uchida, S. Abe // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2000. – 212 (3). – P. 355–360. – DOI: 10.1016/S0304-8853(99)00832-X.
22. Establishment of the standard method of magnetostriction measurement of grain-oriented electrical steel strip and sheet / S. Siebert, C. Kajiwara, K. Fujiwara, P. Klimczyk // Journal of Magnetism and Magnetic Materials. – 2023. – Vol. 565. – P. 170295. – DOI: 10.1016/j.jmmm.2022.170295.
23. An electromagnetic-acoustic method for studying stress-strain states of rails / V. V. Muravyev, L. V. Volkova, A. V. Platunov, V. A. Kulikov // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2016. – Vol. 52. – P. 370–376. – DOI: 10.1134/S1061830916070044.
24. Muravyev V. V., Muravyeva O. V., Petrov K. V. Contactless electromagnetic acoustic techniques of diagnostics and assessment of mechanical properties of steel rolled bars // Materials Physics and Mechanics. – 2018. – Vol. 38 (1). – P. 48–53. – DOI: 10.18720/MPM.3812018_7.
25. Influence of the two-stage plastic deformation on the complex of the magnetoacoustic characteristics of low-carbon steel and diagnostics of its structural state / E. D. Serbin, V. N. Kostin, O. N. Vasilenko, D. G. Ksenofontov, E. G. Gerasimov, P. B. Terentyev // NDT&E International. – 2020. – Vol. 116 (7). – P. 102330. – DOI: 10.1016/j.ndteint.2020.102330.
26. Костин В. Н. Необратимое перемагничивание поликристаллических ферромагнетиков по несимметричным петлям гистерезиса и его использование в неразрушающем контроле // Дефектоскопия. – 1989. – № 9. – С. 68–76.
27. Программа расчета магнитоэстроичной чувствительности ферромагнитных материалов “MgntstrSens” : свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ 2023660788 Рос. Федерация / Сербин Е. Д., ИФМ УрО РАН. – № 2023660258 : заявл. 24.05.2023 : опубл. 24.05.2023.
28. Вонсовский С. В., Шур Я. С. Ферромагнетизм. – Москва–Ленинград : Гостехиздат, 1948. – 816 с.
29. Бозорт Р. М. Ферромагнетизм. – М. : Изд-во иностр. лит., 1956. – 784 с.

Received: 27.10.2023

Revised: 14.12.2023

Accepted: 29.12.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.132-144

AN EXPERIMENTAL AND COMPUTATIONAL STUDY OF THROUGH-DEPTH STRAIN DISTRIBUTION DURING FRICTIONAL TREATMENT OF A METASTABLE AUSTENITIC STEEL

L. S. Goruleva^{a),*}, S. M. Zadvorkin^{b)}, D. I. Vichuzhanin^{c)}, R. A. Savrai^{d)}, and P. A. Skorynina^{e)}

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

- a)  <https://orcid.org/0000-0001-8635-5213>  sherlarisa@yandex.ru;
 b)  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>  zadvorkin@imach.uran.ru;
 c)  <https://orcid.org/0000-0002-6508-6859>  mmm@imach.uran.ru;
 d)  <https://orcid.org/0000-0001-9873-3621>  ras@imach.uran.ru;
 e)  <https://orcid.org/0000-0002-8904-7600>  polina.skorynina@mail.ru

*Corresponding author. E-mail: sherlarisa@yandex.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russia

Tel.: +7 (343) 362-3029

Frictional treatment, as a method of surface plastic deformation, forms a gradient hardened layer. In the case of metastable steels, this hardening is due, among other things, to the formation of strain-induced α' -martensite. The most reliable information about the thickness of this hardened layer can be obtained by measuring the hardness on transverse sections. This paper compares strain distribution through the depth of the hardened layer, obtained from layer-by-layer phase analysis and finite element modeling, with the data of durametric studies for the AISI 321 metastable steel subjected to frictional treatment under various loads on the indenter. A satisfactory coincidence of the distributions of the α' -phase concentration and hardness through the depth is observed only for the specimen subjected to frictional treatment at a maximum load of 400 N on the indenter. At the other loads on the indenter, the thickness of the layer containing α' -martensite is lower than the thickness of the hardened layer estimated from the durametric studies. In contrast, it is shown that, for all the loads applied to the indenter during frictional treatment, the through-depth distributions of the calculated values of equivalent plastic strain obtained from finite element modeling agree satisfactorily with the experimental hardness values.

Keywords: austenitic metastable steels, frictional treatment, hardened layer, hardness, finite element modeling, phase composition

Acknowledgment

The work was performed under state assignment No. AAAA-A18-118020790148-1. The equipment of the Plastometriya shared research facilities (the IES UB RAS) was used in the study.

References

1. Odintsov, L.G. *Uprochnenie i otdelka detaley poverkhnostnym plasticheskim deformirovaniem: spravochnik* [Hardening and Finishing of Parts by Surface Plastic Deformation: Handbook.]. Mechanical Engineering Publ., Moscow, 1987, 329 p. (In Russian).
2. Savrai, R.A., Makarov, A.V., Malygina, I.Yu., Rogovaya, S.A., and Osintseva, A.L. Improving the strength of the AISI 321 austenitic stainless steel by frictional treatment. *Diagnostics*,

- Resource and Mechanics of materials and structures*, 2017, 5, 43–62. DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.043-062. Available at: http://dream-journal.org/issues/2017-5/2017-5_149.html
3. Makarov, A.V., Skorynina, P.A., Osintseva, A.L., Yurovskikh, A.S., and Savrai, R.A. Improving the tribological properties of austenitic 12KH18N10T steel by nanostructuring frictional treatment. *Obrabotka Metallov (Tekhnologiya, Oborudovanie, Instrumenty)*, 2015, 4 (69), 80–92. DOI: 10.17212/1994-6309-2015-4-80-92. (In Russian).
 4. Makarov, A.V., Savrai, R.A., Skorynina, P.A., and Volkova, E.G. Development of methods for steel surface deformation nanostructuring. *Metal Science and Heat Treatment*, 2020, 62, 61–69. DOI: 10.1007/s11041-020-00529-w.
 5. Narkevich, N.A., Shulepov, I.A., and Mironov, Yu.P. Structure, mechanical, and tribotechnical properties of an austenitic nitrogen steel after frictional treatment. *The Physics of Metals and Metallography*, 2017, 118 (4), 399–406. DOI: 10.1134/S0031918X17020090.
 6. Makarov, A.V., Savrai, R.A., Pozdeeva, N.A., Smirnov, S.V., Vichuzhanin, D.I., Korshunov, L.G., and Malygina, I.Yu. Effect of hardening friction treatment with hard-alloy indenter on microstructure, mechanical properties, and deformation and fracture features of constructional steel under static and cyclic tension. *Surface & Coatings Technology*, 2010, 205 (3), 841–852. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.08.025.
 7. Vichuzhanin, D.I., Makarov, A.V., Smirnov, S.V., Pozdeeva, N.A., and Malygina, I.Y. Stress and strain and damage during frictional strengthening treatment of flat steel surface with a sliding cylindrical indenter. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*, 2011, 40 (6), 554–560. DOI: 10.3103/S1052618811050190.
 8. Wu, Y., Guelorget, B., Sun, Z., D eturche, R., and Retrait, D. Characterization of gradient properties generated by SMAT for a biomedical grade 316L stainless steel. *Materials Characterization*, 2019, 155, 109788. DOI: 10.1016/j.matchar.2019.109788.
 9. Smelyanskiy, V.M. *Mekhanika uprochneniya detaley poverkhnostnym plasticheskim deformirovaniem* [Mechanics of Parts Hardening by Surface Plastic Deformation]. Mashinostroenie Publ., Moscow, 2002, 300 p. (In Russian).
 10. Gorkunov, E.S., Zadvorkin, S.M., Mitropolskaya, S.Yu., Vichuzhanin, D.I., and Solovyev, K.E. Change in magnetic properties of metastable austenitic steel due to elastoplastic deformation. *Metal Science and Heat Treatment*, 2009, 51, 423–428. DOI: 10.1007/s11041-010-9185-x.
 11. Goruleva, L.S., Zadvorkin, S.M., and Mushnikov, A.N. Effect of plastic deformation on the phase composition and electromagnetic characteristics of the 321N austenitic steel (08Kh18N10T). *Diagnosics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2022, 95–106. DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.095-106. Available at: http://dream-journal.org/issues/2022-6/2022-6_387.html
 12. Putilova, E.A., Goruleva, L.S., Zadvorkin, S.M., Skorynina, P.A., Savrai, R.A., and Kryucheva, K.D. Evolution of the structure and physical-mechanical properties of metastable steel after surface frictional treatment with varying loading on the indenter. *Letters on Materials*, 2023, 13 (3), 191–196. DOI: 10.22226/2410-3535-2023-3-191-196.
 13. Dorofeev, A.L. *Vikhrevyye toki* [Eddy Currents]. Energiya Publ., Moscow, 1977, 72 p.
 14. Klyuev, V.V., ed. *Nerazrushayushchiy kontrol* [Non-Destructive Testing, vol. 2]. Mashinostroenie Publ., Moscow, 2005, 688 p. (In Russian).
 15. Savrai, R.A. and Kogan, L.Kh. Effect of hardening frictional treatment on features of eddy current testing of fatigue degradation of metastable austenitic steel under gigacycle contact fatigue loading. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2022, 58 (8), 722–731. DOI: 10.1134/s1061830922080095.
 16. Silva, V.M.A., Camerini, A.C.G., Pardal, J.M., De Bl as, J.C.G., and Pereira, G.R. Eddy current characterization of cold-worked AISI 321 stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 2018, 7 (3), 395–401. DOI: 10.1016/j.jmrt.2018.07.002.
 17. Liu, K., Zhao, Z., and Zhang, Z. Eddy current assessment of the cold rolled deformation behavior of AISI stainless steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2012, 21 (8), 1772–1776. DOI: 10.1007/s11665-011-0080-4.

18. Mirkin, L.I. *Rentgenostrukturnyi kontrol mashinostroitelnykh materialov: spravochnik* [X-Ray Structural Control of Machine-Building Materials]. MGU Publ., Moscow, 1976, 134 p. (In Russian).
19. Smirnov, S.V., Pugacheva, N.B., and Myasnikova, M.V. Evaluating ultimate strains to fracture of the zones of a diffusion aluminide coating. *Deformatsiya i Razrushenie Materialov*, 2014, 12, 17–22. (In Russian).
20. Smirnov, S.V., Myasnikova, M.V., and Igumnov, A.S. Determination of the local shear strength of a layered metal composite material with a ductile interlayer after thermocycling. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2016, 4, 46–56. DOI: 10.17804/2410-9908.2016.4.046-056. Available at: http://dream-journal.org/issues/2016-4/2016-4_88.html–2016. Iss. 4. – P. 46-56
21. Hu, J., Kulagin, R., Ivanisenko, Yu., Baretzky, B., and Zhang, H. Finite element modeling of Conform-HPTE process for a continuous severe plastic deformation path. *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, 55, 373–380. DOI: 10.1016/j.jmapro.2020.04.052.
22. Blumenstein, V.Yu, Mahalov, M.S., and Shirokolobova, A.G. Finite element modeling of strengthening process by means of surface plastic deformation using a multiradius tool. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2017, 253, 012017. DOI: 10.1088/1757-899x/253/1/012017.
23. Kragelskiy, I.V. *Trenie i iznos* [Friction and Wear]. Mashinostroenie Publ., Moscow, 1968, 480 p.
24. Johnson, K.L. *Mekhanika kontaktnogo vzaimodejstviya* [Mechanics of Contact Interaction]. Mir Publ., Moscow, 1989, 509 p.

Подана в журнал: 27.10.2023

УДК 669.14:621.787.4

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.132-144

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ И РАСЧЕТНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ ДЕФОРМАЦИИ ПО ГЛУБИНЕ ПРИ ФРИКЦИОННОЙ ОБРАБОТКЕ МЕТАСТАБИЛЬНОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ

Л. С. Горюлева^{а),*}, С. М. Задворкин^{б)}, Д. И. Вичужанин^{в)}, Р. А. Саврай^{г)}, П. А. Скорынина^{д)}

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

- ^{а)}  <https://orcid.org/0000-0001-8635-5213>  sherlarisa@yandex.ru;
^{б)}  <https://orcid.org/0000-0002-7918-8207>  zadvorkin@imach.uran.ru;
^{в)}  <https://orcid.org/0000-0002-6508-6859>  mmm@imach.uran.ru;
^{г)}  <https://orcid.org/0000-0001-9873-3621>  ras@imach.uran.ru;
^{д)}  <https://orcid.org/0000-0002-8904-7600>  polina.skorynina@mail.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: sherlarisa@yandex.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, Екатеринбург, 620049, Россия
Тел.: +7 (343) 362-30-29

Фрикционная обработка, как один из методов поверхностной пластической деформации, приводит к формированию градиентного упроченного слоя. В случае метастабильных сталей это упрочнение обусловлено, кроме всего прочего, образованием α' -мартенсита деформации. Наиболее достоверную информацию о толщине этого упроченного слоя можно получить, проводя измерение твердости на поперечных шлифах. В настоящей работе проведено сопоставление распределений деформации по глубине упроченного слоя, полученных по результатам послойного фазового анализа и конечно-элементного моделирования, с данными дюрOMETрических исследований для метастабильной стали AISI 321, подвергнутой фрикционной обработке при различных нагрузках на индентор. Установлено, что удовлетворительное совпадение распределений концентрации α' -фазы и твердости по глубине наблюдается только для образца, подвергнутого фрикционной обработке при максимальной нагрузке на индентор 400 Н. При остальных нагрузках на индентор толщина слоя, содержащего α' -мартенсит, меньше толщины упроченного слоя, оцененного по результатам дюрOMETрических исследований. В отличие от этого, показано, что для всех примененных при фрикционной обработке нагрузок на индентор наблюдается удовлетворительное согласие распределений по глубине расчетных величин эквивалентной пластической деформации, полученных в результате конечно-элементного моделирования, и экспериментальных значений твердости.

Ключевые слова: аустенитные метастабильные стали, фрикционная обработка, упроченный слой, твердость, конечно-элементное моделирование, фазовый состав

1. Введение

Поверхностное пластическое деформирование (ППД), в том числе такая его разновидность, как фрикционная обработка, широко используется для повышения уровня прочности и других эксплуатационных свойств изделий [1–5]. ППД приводит к формированию градиентного упроченного поверхностного слоя, в котором параметры напряженно-деформированного состояния и физико-механические характеристики меняются по глубине упроченного слоя [2–4, 6–9]. В случае метастабильных аустенитных сталей свойства этого слоя обусловлены не только его наклепом, но и образованием в нем α' -мартенсита деформа-

ции [3–4, 10–12]. Толщина упрочненного слоя во многом определяет функциональные свойства изделий, подвергнутых ППД.

Наиболее достоверные сведения о толщине поверхностного упрочненного слоя можно получить путем измерений твердости на поперечных шлифах, как это продемонстрировано, например, в работе [12]. Но этот способ имеет характерные для всех разрушающих методов контроля недостатки: невозможность эксплуатации проконтролированного изделия и, соответственно, проведения контроля каждого изделия, обработанного ППД, а также большая трудоемкость испытаний.

Для получения информации о состоянии поверхностных слоев изделий, в том числе о толщине упрочненного слоя, широко применяется неразрушающий вихретоковый метод [13–17], свободный от указанных недостатков. В случае метастабильных аустенитных сталей достоверную вихретоковую оценку толщины упрочненного с помощью ППД слоя можно обеспечить только при учете влияния α' -мартенсита деформации на показания вихретокового прибора. Это обусловлено тем, что аустенит и α' -мартенсит деформации имеют существенно различные электрические и особенно магнитные характеристики. В частности, магнитная проницаемость, которая является одним из главных факторов, определяющих толщину скин-слоя материала, у ферромагнитной α' -фазы многократно больше, чем у парамагнитного аустенита. При этом концентрация α' -мартенсита в градиентном упрочненном слое не постоянна, а уменьшается с глубиной в соответствии с уменьшением степени деформации. Например, для стали марки AISI 321 (или 321H по стандарту ASTM A240/A240M-1, российский аналог этой стали – 08X18H10T) в работе [11] зависимость объемного содержания α' -мартенсита C (%) от степени пластической деформации растяжением ε аппроксимирована полиномом 2-й степени:

$$C = 0,63 + 51,64 \times \varepsilon + 285,61 \times \varepsilon^2. \quad (1)$$

Воспользовавшись экспериментальными данными [11], можно также получить зависимость ε от C :

$$\varepsilon = 0,004 + 0,010 \times C - 6,587 \times 10^{-5} \times C^2. \quad (2)$$

Таким образом, путем послойного анализа содержания α' -мартенсита в упрочненных ППД изделиях из аустенитных сталей можно судить о распределении деформации в их поверхностных слоях и, соответственно, о толщине упрочненного слоя. Следует учесть, что выражения (1) и (2) имеют физический смысл, если $\varepsilon < 0,51$, поскольку концентрация α' -фазы не может превышать 100 %. Очевидно, для метода послойного фазового анализа характерны те же недостатки, что и для измерения твердости на поперечных шлифах. Кроме того, содержание α' -мартенсита деформации зависит не только от величины деформации, но и от ее вида [10]. Это обусловлено разными атомарными объемами в α - и γ -железе: параметр ОЦК-решетки α -железа равен $2,87 \text{ \AA}$, а параметр ГЦК-решетки γ -железа – $3,57 \text{ \AA}$ [18]. Учитывая, что на элементарную ячейку ОЦК-решетки приходится 2 атома, а на элементарную ячейку ГЦК-решетки – 4 атома, получаем, что на один атом в α -железе приходится $11,82 \text{ \AA}^3$, а в γ -железе – на 4 % меньше ($11,37 \text{ \AA}^3$). Соответственно, деформирование аустенитных сталей растяжением способствует превращению $\gamma \rightarrow \alpha'$, а сжатие затрудняет этот фазовый переход. В работе [11] образцы исследовали после растяжения.

В настоящее время для анализа различных процессов как объемного, так и поверхностного пластического деформирования широко используются методы конечно-элементного моделирования [6–7, 19–22]. Они позволяют существенно сократить материальные и трудовые затраты, а также время для получения необходимой информации о напряженно-деформированном состоянии объекта исследования, в том числе подвергнутого фрик-

ционной обработке. Однако в этих работах моделировали напряженно-деформированное состояние материалов, не претерпевающих фазовых превращений при деформации.

В настоящей работе на примере образцов метастабильной аустенитной стали AISI 321, подвергнутых фрикционной обработке алмазным индентором диаметром 3 мм при различных нагрузках на индентор, проведено сопоставление распределения деформации по глубине упрочненного слоя и, соответственно, оценок толщины этого слоя, полученных по результатам послойного фазового анализа и конечно-элементного моделирования, с данными, представленными в работе [12], где выполнены дюрметрические исследования этих же образцов.

2. Результаты послойного фазового анализа

Как уже было указано, исследования проводили на тех же образцах стали AISI 321, что и в работе [12]. В этой статье описаны химический состав образцов и методика их изготовления и фрикционной обработки. Для рентгенофазового анализа были взяты образцы, подвергнутые фрикционной обработке при нормальной нагрузке на алмазный индентор 50, 150, 250 и 400 Н.

Образцы подвергали послойной электролитической полировке до тех пор, пока не стравится весь упрочненный слой. На начальных этапах полировки удаляли слои толщиной по 2...5 мкм, чтобы более подробно изучить фазовый состав тех участков, где концентрация α' -мартенсита максимальна. На последующих этапах удаляли слои толщиной по 15...20 мкм. Рентгенофазовый анализ проводили с помощью рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-7000 с использованием монохроматизированного K_{α} -излучения хромового анода. Фазовый состав образцов с той стороны, которая подвергалась ППД, определяли непосредственно после фрикционной обработки и после каждого этапа электролитического травления. Использовали метод гомологических пар [18]. Толщина анализируемого слоя, дающего 95 % интенсивности рентгеновских рефлексов, составляла примерно 9 мкм. То есть содержание α' -мартенсита деформации определялось интегрально по слою толщиной 9 мкм.

Результаты определения содержания α' -мартенсита деформации на различной глубине показаны на рис. 1. Видно, что при фрикционной обработке с нагрузкой на индентор 50 Н заметное количество α' -мартенсита деформации ($\geq 2\%$) содержится в слое толщиной примерно 15 мкм, с нагрузкой 150 Н – около 40 мкм, с нагрузкой 250 Н – примерно 250 мкм, а с нагрузкой 400 Н – примерно 500 мкм.

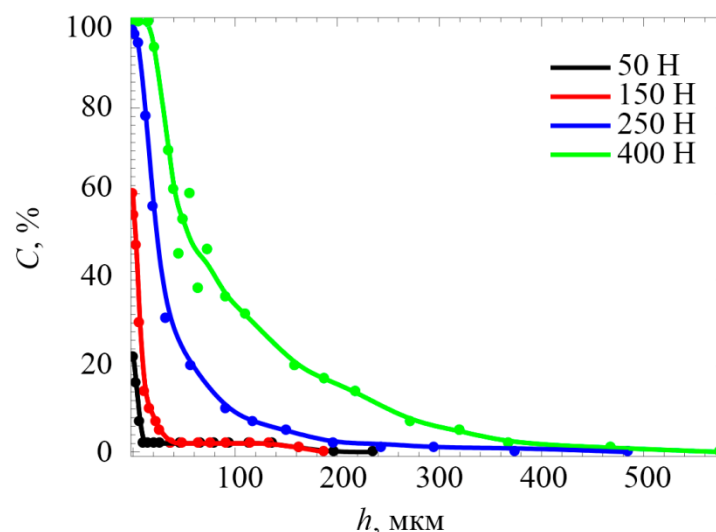


Рис. 1. Распределение содержания α' -мартенсита C в поверхностном слое стали AISI 321, подвергнутой фрикционной обработке при различных нагрузках по глубине h

На рис. 2 приведено сопоставление данных работы [12] по измерению твердости HV 0,025 на поперечных шлифах образцов после ППД и на поверхности (для получения значений твердости при $h = 0$) с результатами расчета по формуле (2) степени их деформации на различном расстоянии от поверхности. Следует отметить, что полученным в работе [12] числам твердости соответствует величина диагонали отпечатка пирамиды Виккерса порядка 10 мкм. Таким образом, локальность измерений твердости и рентгенофазового анализа примерно одинакова.

Как видно из рис. 2, удовлетворительное согласие зависимостей $HV(h)$ и $\varepsilon(h)$ наблюдается только для образца, подвергнутого фрикционной обработке при максимальной нагрузке на индентор 400 Н. В остальных случаях толщина слоя, содержащего α' -мартенсит, в несколько раз меньше толщины упрочненного ППД слоя с повышенной относительно исходного состояния материала твердостью. Это обстоятельство может быть обусловлено тем фактом, что, как отмечено выше, уравнения регрессии (1) и (2) получены для случая одноосного растяжения, в то время как в результате ППД поверхность материала находится в более сложном напряженно-деформированном состоянии [9], а концентрация α' -мартенсита в метастабильных сталях зависит от вида деформирования.

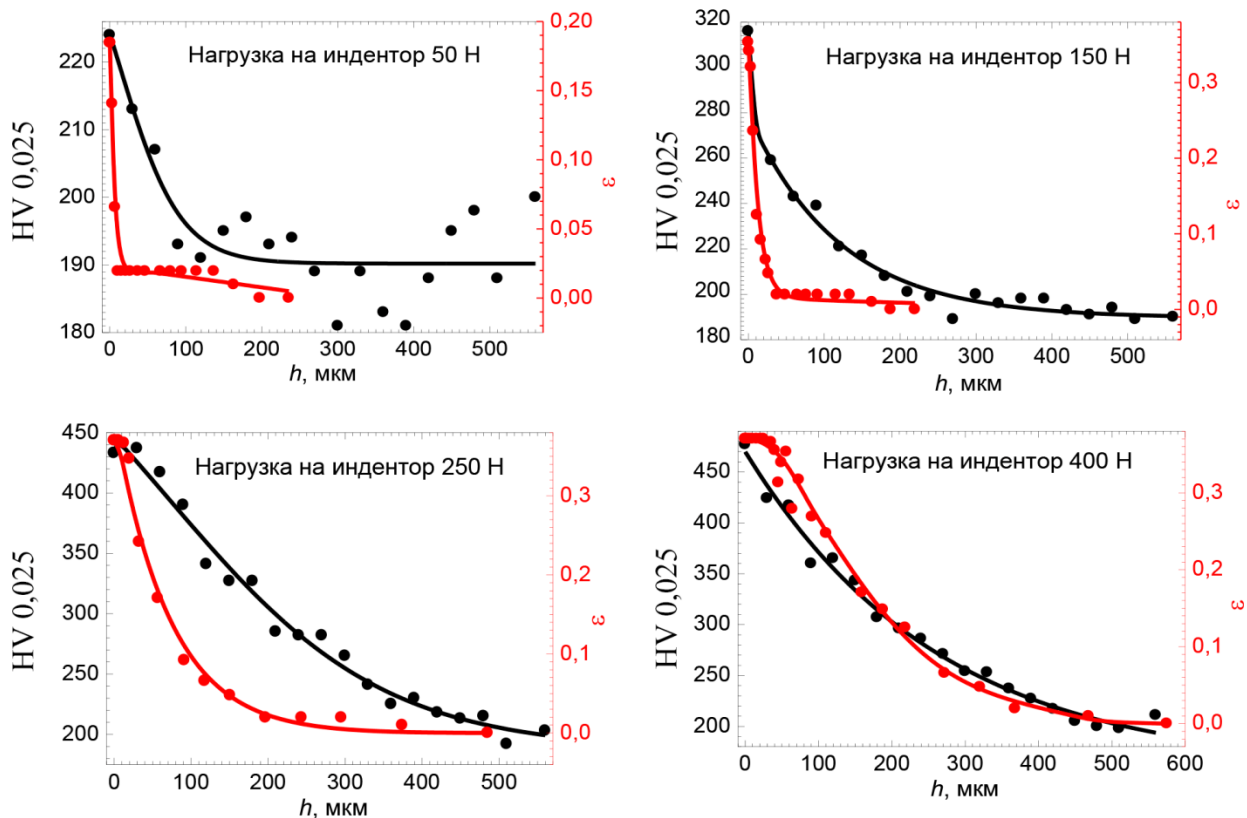


Рис. 2. Сопоставление результатов измерения твердости HV 0,025 (●), взятых из работы [12], и данных расчета степени деформации ε (●) по содержанию α' -мартенсита на различной глубине h образцов стали AISI 321, подвергнутых фрикционной обработке при варьировании нагрузки на алмазный индентор

3. Конечно-элементное моделирование

Необходимая для построения конечно-элементной модели диаграмма «напряжение – деформация» стали марки AISI 321 представлена в работе [11]. В частности, согласно [11], условный предел текучести испытанных образцов стали равен 195 МПа, а временное сопротивление разрыву – 615 МПа.

Конечно-элементное моделирование процесса фрикционной обработки скользящим полусферическим индентором при различных нагрузках на индентор проводили, используя пакет Ansys. Конечно-элементная модель процесса приведена на рис. 3. Для наглядности сферический индентор и образец показаны в разрезе. При моделировании процесса фрикционной обработки в приповерхностных объемах металла сетку конечных элементов сгущали у поверхности. Наименьшая высота элемента составила 2,5 мкм. Это примерно в 4 раза меньше, чем локальность дюрOMETрических измерений и рентгенофазового анализа. Для экономии вычислительных ресурсов и уменьшения времени расчетов размеры элементов увеличивали по мере удаления от обрабатываемой поверхности, так что наибольшая высота элемента у основания образца составила 52,2 мкм. Сферический индентор в модели рассматривали как абсолютно жесткое тело, материал образца – как изотропный, упругопластический с деформационным упрочнением. Использовали ассоциированный закон пластического течения и условие текучести Мизеса. Использовали условие трения Амонтона – Кулона, коэффициент трения принимали равным 0,1 [23]. В качестве граничных условий задавали соответствующую нагрузку на индентор P и его перемещение u (рис. 1).

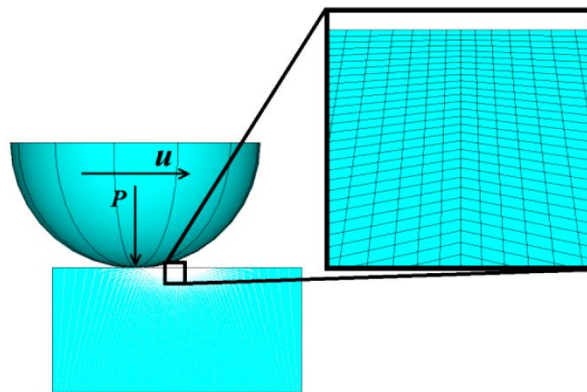


Рис. 3. Конечно-элементная модель процесса сканирования индентором

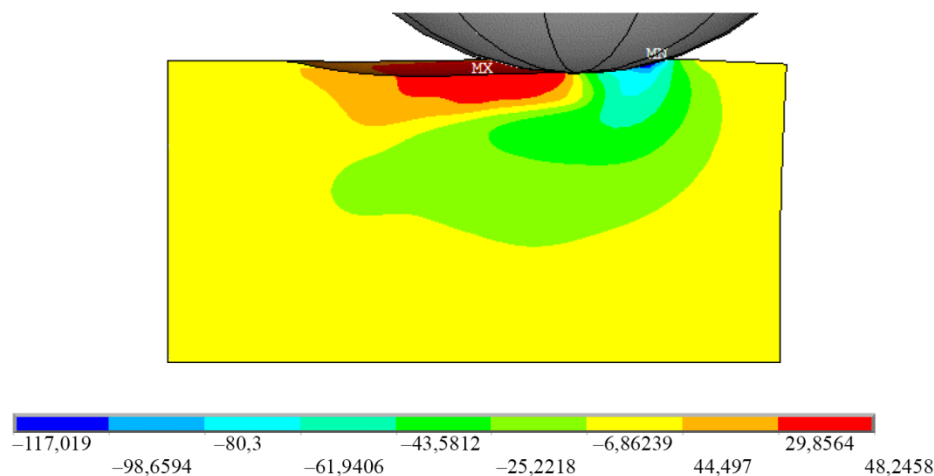


Рис. 4. Распределение средних нормальных напряжений по сечению образца при фрикционной обработке с нагрузкой на индентор 250 Н

Полученные результаты математического моделирования процесса деформирования металла скользящим сферическим индентором (макроскопический масштабный уровень) хорошо согласуются с известными представлениями И. В. Крагельского [23], согласно которым в зоне фрикционного металлического контакта перед фронтом движущейся твердой микронеровности, внедренной в поверхность контртела (микроскопический масштабный уровень),

создается зона сжимающих напряжений, в которой материал подвергается интенсивной пластической деформации в условиях, близких к сдвигу под давлением (см. рис. 4, где в качестве примера показано распределение средних нормальных напряжений по сечению образца при нагрузке на индентор 250 Н).

Конечно-элементное моделирование позволило получить распределение эквивалентной пластической деформации (ϵ_{eq}) по глубине при различных нагрузках на индентор. Величина эквивалентной пластической деформации при моделировании в пакете Ansys рассчитывается по формуле

$$\epsilon_{eq} = \frac{\sqrt{2}}{3} \sqrt{(\epsilon_{11} - \epsilon_{22})^2 + (\epsilon_{22} - \epsilon_{33})^2 + (\epsilon_{33} - \epsilon_{11})^2}, \quad (3)$$

где ϵ_{11} , ϵ_{22} , ϵ_{33} – главные деформации.

На рис. 5 в качестве примера представлено распределение эквивалентной пластической деформации после сканирования при нагрузке на индентор 250 Н.

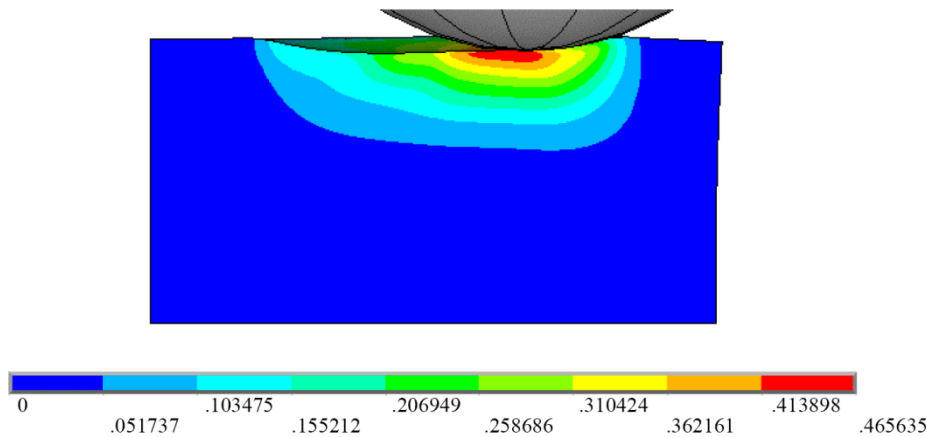


Рис. 5. Распределение эквивалентной пластической деформации по сечению образца при фрикционной обработке с нагрузкой на индентор 250 Н

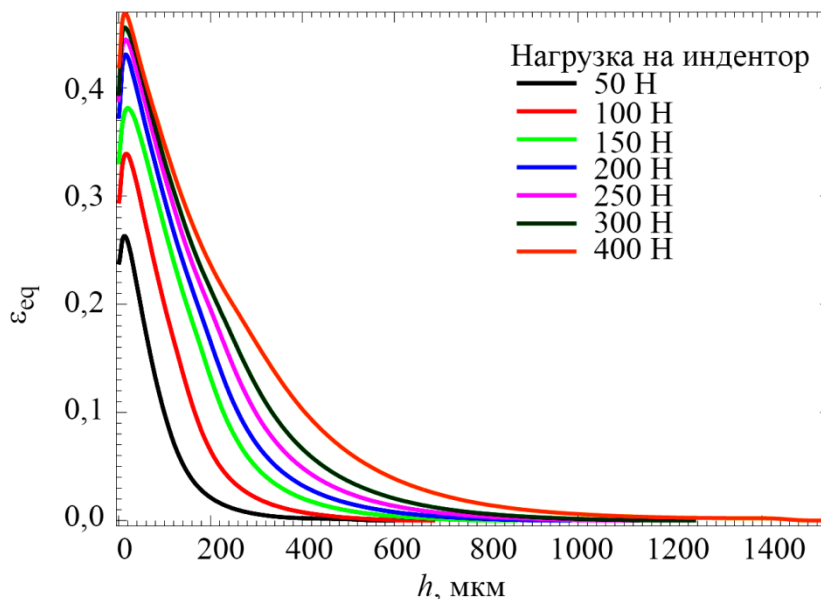


Рис. 6. Распределение эквивалентной пластической деформации по глубине при варьировании нагрузки на индентор при фрикционной обработке

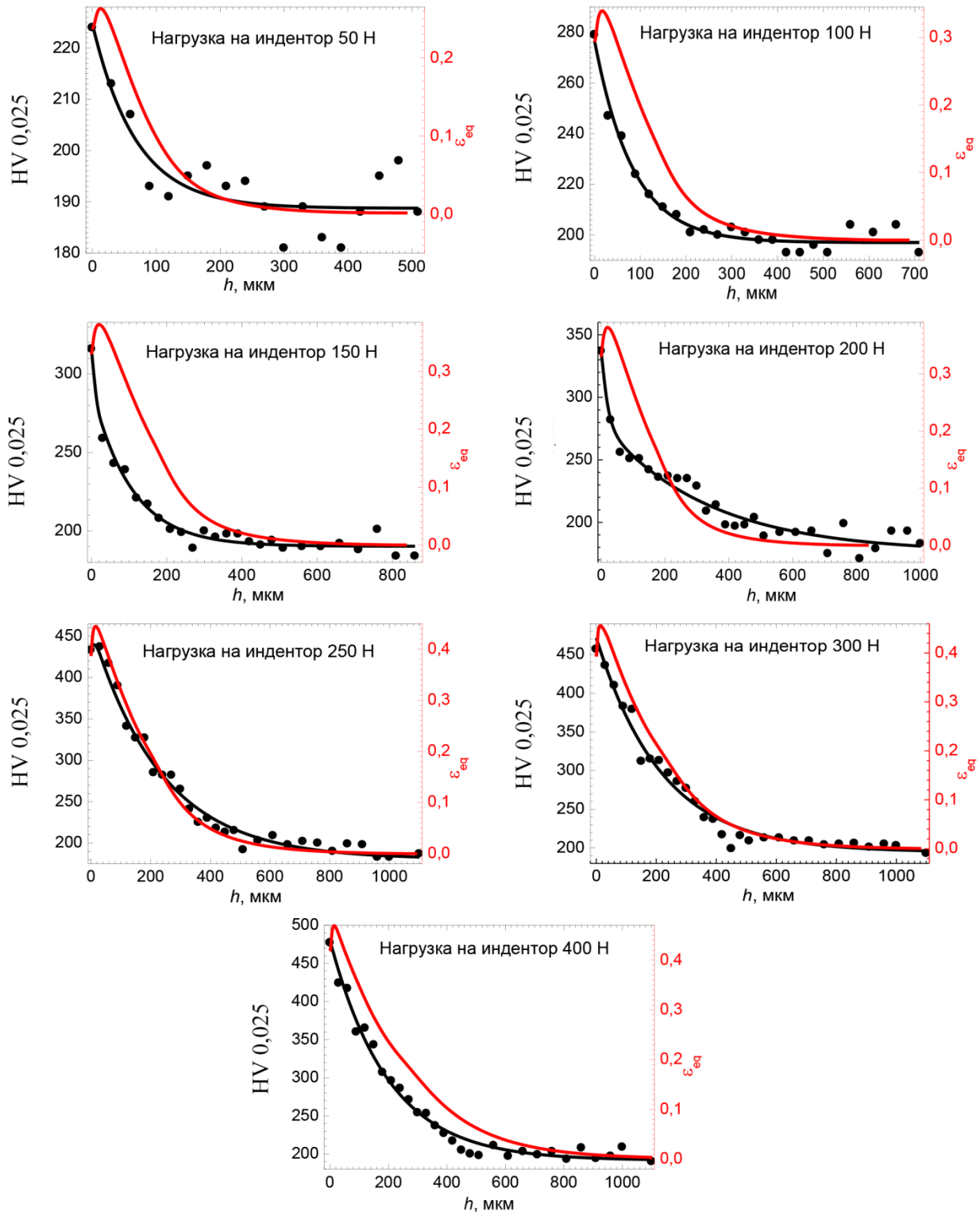


Рис. 7. Сопоставление распределений экспериментальных значений твердости HV 0,025 (•), взятых из работы [12], и расчетных величин эквивалентной деформации ϵ_{eq} (—) по глубине h образцов стали AISI 321, подвергнутых фрикционной обработке при различной нагрузке на алмазный индентор

По результатам конечно-элементного моделирования процесса фрикционной обработки построены распределения величины ϵ_{eq} по глубине поверхностного слоя при различной нагрузке на индентор (рис. 6).

Согласно результатам конечно-элементного моделирования, максимальная ε_{eq} наблюдается не непосредственно на поверхности, а на глубине $h \approx 20$ мкм. При увеличении нагрузки на индентор с 50 Н до 400 Н максимальное значение ε_{eq} увеличивается в 2 раза. Достигнув максимума, эквивалентная степень деформации начинает уменьшаться с увеличением расстояния от поверхности образцов. Такой характер зависимости $\varepsilon_{\text{eq}}(h)$ соответствует современным представлениям о напряженно-деформированном состоянии поверхностных слоев материала при ППД [24].

Из рис. 6 видно, что при нагрузках на индентор 200...400 Н в поверхностных слоях толщиной примерно 150 мкм зависимости величин эквивалентной пластической деформации от глубины близки. Таким образом, рост нормальной нагрузки на индентор выше 200 Н слабо влияет на деформированное состояние поверхностного слоя материала толщиной до 150 мкм. При этом уровень эквивалентной деформации снижается до величины, характерной для исходного (до ППД) состояния исследованной стали, при нагрузке на индентор 200 Н на глубине примерно 600 мкм, а при нагрузке на индентор 400 Н – около 1000 мкм. Таким образом, оценка толщины упрочненного слоя по величине ε_{eq} при нагрузке на индентор 50 Н дает значение примерно 400 мкм, а при нагрузке 400 Н – около 1000 мкм.

На рис. 7 приведено сопоставление экспериментальных значений твердости и расчетных величин эквивалентной деформации ε_{eq} на различном расстоянии от поверхности исследованных образцов. Как видно, наблюдается удовлетворительное согласие зависимостей $HV(h)$ и $\varepsilon_{\text{eq}}(h)$ для всех использованных режимов фрикционной обработки. Расхождение между этими зависимостями можно объяснить, в частности, значительно большей локальностью конечно-элементной модели.

4. Заключение

Проведено исследование распределения α' -мартенсита деформации в поверхностных слоях метастабильной аустенитной стали AISI 321 (российский аналог – 08X18H10T), подвергнутой фрикционной обработке алмазным индентором при варьировании нормальной нагрузки на индентор в диапазоне 50...400 Н. Показано, что при фрикционной обработке с нагрузкой на индентор 50 Н заметное количество α' -мартенсита деформации (≥ 2 %) содержится в слое толщиной примерно 15 мкм, с нагрузкой 150 Н – около 40 мкм, с нагрузкой 250 Н – примерно 250 мкм, а с нагрузкой 400 Н – примерно 500 мкм. Удовлетворительное соответствие распределений концентрации α' -фазы (а также, соответственно, степени деформации, рассчитанной по этой величине) и твердости по глубине наблюдается только для образца, подвергнутого фрикционной обработке при максимальной нагрузке на индентор 400 Н. В остальных случаях толщина слоя, содержащего α' -мартенсит, в несколько раз меньше толщины упрочненного ППД слоя с повышенной относительно исходного состояния материала твердостью.

Проведено конечно-элементное моделирование распределения эквивалентной пластической деформации по глубине упрочненного слоя. Установлено, что максимальная величина эквивалентной деформации наблюдается не непосредственно на поверхности образца, а на глубине около 20 мкм. Расчетная толщина упрочненного слоя при нагрузке на индентор 50 Н составила примерно 400 мкм, а при нагрузке 400 Н – около 1000 мкм. Для всех примененных при фрикционной обработке нагрузок на индентор наблюдается удовлетворительное соответствие распределений по глубине расчетных величин эквивалентной пластической деформации и экспериментальных значений твердости.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания № АААА-А18-118020790148-1. При проведении исследований использовано оборудование ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН.

Литература

1. Одинцов Л. Г. Упрочнение и отделка деталей поверхностным пластическим деформированием : справочник. – М. : Машиностроение, 1987. – 329 с.
2. Improving the strength of the AISI 321 austenitic stainless steel by frictional treatment / R. A. Savrai, A. V. Makarov, I. Yu. Malygina, S. A. Rogovaya, A. L. Osintseva // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2017. – Iss. 5. – P. 43–62. – DOI: 10.17804/2410-9908.2017.5.043-062. – URL: http://dream-journal.org/issues/2017-5/2017-5_149.html
3. Повышение трибологических свойств аустенитной стали 12X18H10T наноструктурирующей фрикционной обработкой / А. В. Макаров, П. А. Скорынина, А. Л. Осинцева, А. С. Юровских, Р. А. Саврай // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. – 2015. – № 4 (69). – С. 80–92. – DOI: 10.17212/1994-6309-2015-4-80-92.
4. Development of methods for steel surface deformation nanostructuring / A. V. Makarov, R. A. Savray, P. A. Skorynina, E. G. Volkova // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2020. – Vol. 62. – P. 61–69. – DOI: 10.1007/s11041-020-00529-w.
5. Narkevich N. A., Shulepov I. A, Mironov Yu. P. Structure, mechanical, and tribotechnical properties of an austenitic nitrogen steel after frictional treatment // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2017. – Vol. 118 (4). – P. 399–406. – DOI: 10.1134/S0031918X17020090.
6. Effect of hardening friction treatment with hard-alloy indenter on microstructure, mechanical properties, and deformation and fracture features of constructional steel under static and cyclic tension / A. V. Makarov, R. A. Savrai, N. A. Pozdeeva, S. V. Smirnov, D. I. Vichuzhanin, L. G. Korshunov, I. Yu. Malygina // *Surface & Coatings Technology*. – 2010. – Vol. 205, iss. 3. – P. 841–852. – DOI: 10.1016/j.surfcoat.2010.08.025.
7. Stress and strain and damage during frictional strengthening treatment of flat steel surface with a sliding cylindrical indenter / D. I. Vychuzhanin, A. V. Makarov, S. V. Smirnov, N. A. Pozdeeva, I. Y. Malygina // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*. – 2011. – Vol. 40 (6). – P. 554–560. – DOI: 10.3103/S1052618811050190.
8. Characterization of gradient properties generated by SMAT for a biomedical grade 316L stainless steel / Y. Wu, B. Guelorget, Z. Sun, R. D eturche, D. Retraint // *Materials Characterization*. – 2019. – Vol. 155. – P. 109788. – DOI: 10.1016/j.matchar.2019.109788.
9. Смелянский В. М. Механика упрочнения деталей поверхностным пластическим деформированием. – М. : Машиностроение, 2002. – 300 с.
10. Change in magnetic properties of metastable austenitic steel due to elastoplastic deformation /  . S. Gorkunov, S. M. Zadvorkin, S. Yu. Mitropolskaya, D. I. Vichuzhanin, K. E. Solovyev // *Metal Science and Heat Treatment*. – 2009. – Vol. 51. – P. 423–428. – DOI: 10.1007/s11041-010-9185-x.
11. Goruleva L. S., Zadvorkin S. M., Mushnikov A. N Effect of plastic deformation on the phase composition and electromagnetic characteristics of the 321N austenitic steel (08Kh18N10T) // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2022. – Iss. 6. – P. 95–106. – DOI: 10.17804/2410-9908.2022.6.095-106. – URL: http://dream-journal.org/issues/2022-6/2022-6_387.html
12. Evolution of the structure and physical-mechanical properties of metastable steel after surface frictional treatment with varying loading on the indenter / E. A. Putilova, L. S. Goruleva, S. M. Zadvorkin, P. A. Skorynina, R. A. Savrai, K. D. Krucheva // *Letters on Materials*. – 2023 – Vol. 13 (3). – P. 191–196. – DOI: 10.22226/2410-3535-2023-3-191-196.
13. Дорофеев А. Л. Вихревые токи. – М. : Энергия, 1977. – 72 с.
14. Неразрушающий контроль : справочник : в 7 т. / под общ. ред. В. В. Клюева. – М. : Машиностроение, 2003. – 688 с. – Т. 2.
15. Savrai R. A., Kogan L. Kh. Effect of hardening frictional treatment on features of eddy current testing of fatigue degradation of metastable austenitic steel under gigacycle contact fatigue

- loading // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2022. – Vol. 58 (8). – P. 722–731. – DOI: 10.1134/s1061830922080095.
16. Eddy current characterization of cold-worked AISI 321 stainless steel / V. M. A. Silva, C. G. Camerini, J. M. Pardal., J. G. De Blas, G. R. Pereira // Journal of Materials Research and Technology. – 2018. – Vol. 7, iss. 3. – P. 395–401. – DOI: 10.1016/j.jmrt.2018.07.002.
17. Liu K., Zhao Z., Zhang Z. Eddy current assessment of the cold rolled deformation behavior of AISI stainless steel // Journal of Materials Engineering and Performance. – 2012. – Vol. 21, iss. 8. – P. 1772–1776. – DOI: 10.1007/s11665-011-0080-4.
18. Миркин Л. И. Рентгеноструктурный контроль машиностроительных материалов : справочник. – М. : Машиностроение, 1979. – 134 с.
19. Смирнов С. В., Пугачева Н. Б., Мясникова М. В. Оценка прочности зон диффузионного алюминидного покрытия // Деформация и разрушение материалов. – 2014. – № 12. – С. 17–22.
20. Smirnov S. V., Myasnikova M. V., Igumnov A. S. Determination of the local shear strength of a layered metal composite material with a ductile interlayer after thermocycling // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2016. – Iss. 4. – P. 46–56. – DOI: 10.17804/2410-9908.2016.4.046-056. – URL: http://dream-journal.org/issues/2016-4/2016-4_88.html–2016. Iss. 4. – P. 46-56
21. Finite element modeling of Conform-HPTE process for a continuous severe plastic deformation path / J. Hu, R. Kulagin, Yu. Ivanisenko, B. Baretzky, H. Zhang // Journal of Manufacturing Processes. – 2020. – Vol. 55. – P. 373–380. – DOI: 10.1016/j.jmapro.2020.04.052.
22. Finite element modeling of strengthening process by means of surface plastic deformation using a multiradius tool / V. Yu Blumenstein, M. S. Mahalov, A. G Shirokolobova // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2017. – Vol. 253. – 012017. – DOI: 10.1088/1757-899x/253/1/012017.
23. Крагельский И. В. Трение и износ. – М. : Машиностроение, 1968. – 480 с.
24. Джонсон К. Л. Механика контактного взаимодействия / пер. с англ. – М. : Мир, 1989. – 510 с.

Received: 31.10.2023
Revised: 25.12.2023
Accepted: 29.12.2023
DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.145-158









BRITTLE FRACTURE RESISTANCE OF THE Fe–17%Ni ALLOY OF EXTRATERRESTRIAL ORIGIN (THE CHINGA METEORITE) UNDER STATIC AND DYNAMIC LOADING

V. I. Grokhovsky^{1, a)}, S. V. Gladkovsky^{2, b)}, K. A. Badekha^{1, 3, c)}, and V. E. Veselova^{2, d), *}

¹Ural Federal University, 19 Mira St., Ekaterinburg, 620002, Russia

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

³Vernadsky Institute of Geochemistry and Analytical Chemistry, Russian Academy of Sciences,
Moscow, 119991, Russia

- a)  <https://orcid.org/0000-0001-5504-1019>  grokh47@mail.ru;
b)  <https://orcid.org/0000-0002-3542-6242>  gsv@imach.uran.ru;
c)  <https://orcid.org/0000-0002-6993-6988>  ksenia_uimina@mail.ru;
d)  <https://orcid.org/0000-0002-4955-6435>  veselova@imach.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: veselova@imach.uran.ru

Address for correspondence: ul. Komsomolskaya, 34, Ekaterinburg, 620049, Russia
Tel.: +7 (343) 374-1853; fax: (343) 347-5330

The values of conditional yield strength, impact strength, and the parameters of static and dynamic crack resistance of the Chinga meteorite substance (the Fe–17%Ni alloy) are determined by mechanical testing for uniaxial tension and static bending and instrumented impact testing of V-notched prismatic samples at temperatures ranging between 20 and –196 °C. It is shown that the dynamic nature of material loading according to the three-point bending scheme contributes to a noticeable decrease in impact strength (KCV) and crack propagation energy (KCT) during low-temperature tests (–196 °C) and the appearance of brittle quasi-cleavage sites on the fracture surface. On the contrary, as the test temperatures decrease from room temperature to the temperature of liquid nitrogen during the static tests of the Chinga meteorite samples with induced cracks, the parameter of static crack resistance K_C (K_{1C}) increases and the fracture surface of the samples after low-temperature testing is characterized by predominantly viscous dimpled topography.

Keywords: meteoritic material, low-temperature tests, impact strength, crack initiation and propagation energy, static and dynamic crack resistance, fracture surface, dimpled and quasi-cleavage topography

Acknowledgment

We appreciate the assistance of Dr. Vichuzhanin and Dr. Kamantsev, senior researchers at the IES UB RAS, in performing tensile and static crack resistance tests. The work was performed under the agreement with the Russian Ministry of Science and Higher Education, theme FEUZ-2023-0014, No. 075-03-2023-006, and under a state assignment from the MSHE, No. AAAA-A18-118020790147-4. The equipment of the Plastometriya shared research facilities, IES UB RAS, was used for the research. We also appreciate the support from the Russian Ministry of Science and Higher Education under the Program for the Development of UrFU according to the Priority 2030 program.

References

1. Nemchinov, I.V., Svetsov, V.V., and Shuvalov, V.V. *Katastroficheskie vozdeystviya kosmicheskikh tel* [Catastrophic Impacts of Cosmic Bodies]. IKTs “Akademkniga” Publ., Moscow, 2005, 310 p. (In Russian).
2. Petrovic, J.J. Review Mechanical properties of meteorites and their constituents. *Journal of Material Science*, 2001, 36, 1579–1583. DOI: 10.1023/A:1017546429094.
3. Slyuta, E.N. Physical and mechanical properties of stony meteorites. *Solar System Research*, 2017, 51, 64–85. DOI: 10.1134/S0038094617010051.
4. Remo, J.L. and Johnson, A.A. A preliminary study of the ductile-brittle transition under impact conditions in material from an octahedrite. *Journal of Geophysical Research*, 1975, 80 (26), 3744–3748.
5. Johnson, A.A., Remo, J.L., and Davis, R.B. The Low temperature impact properties of the meteorite Hoba. *Journal of Geophysical Research*, 1979, 84 (B4), 1683–1688. DOI: 10.1029/JB084iB04p01683.
6. Grokhovsky, V.I. and Gladkovsky, S.V. The impact mechanical tests of meteorites. *Meteoritics and Planetary Science*, 2010, 45, A69–A69.
7. Grokhovsky, V.I. and Gladkovsky, S.V. The impact mechanical tests of Seymchan and Chinga meteorites. *Meteoritics and Planetary Science*, 2018, 53, 6276–6276.
8. Botvina, L.R. *Razrushenie: kinetika, mekhanizmy, obshchie zakonomernosti* [Destruction: Kinetics, Mechanisms, General Patterns]. Nauka Publ., Moscow, 2008, 334 p. (In Russian).
9. Pestrikov, V.M. and Morozov, E.M. *Mekhanika razrusheniya* [Fracture Mechanics: Course of Lectures]. Professiya Publ., SPb., 2012, 550 p. (In Russian).
10. Gladkovsky, S.V. Instrumented Impact Tests in Material Science, Ch. 6. In: *Perspektivnye materialy: uchebnoe posobie* [Perspective Materials: Textbook, ed. by D.L. Merson]. Izd-vo TGU Publ., Tolyatti, 2021, 336 p. (In Russian).
11. Grokhovsky, V.I. and Gladkovsky, S.V. Brittle fracture resistance of Chinga and Seymchan meteorites under static and impact loading. *Meteoritics and Planetary Science*, 2019, 54, 6429.
12. Buchner, E., Schmieder, M., Kurat, G., Brandstätter, F., Kramar, U., Ntaflos, T., and Kröcher, J. Buddha from space – an ancient object of art made of a Chinga iron meteorite fragment. *Meteoritics and Planetary Science*, 2012, 47 (9), 1491–1501. DOI: 10.1111/j.1945-5100.2012.01409.x.
13. GOST 9454–78. (In Russian).
14. GOST 25.506-85. (In Russian).
15. RD 50-344-82. (In Russian).
16. GOST 22848-77. (In Russian).
17. Botvina, L.R. *Osnovy fraktodiagnostiki* [Fundamentals of Fractodiagnosics]. Tekhnosfera Publ., Moscow, 2022, 394 p.
18. Lebedev, D.V. *Konstruktivnaya prochnost kriogennykh staley* [Structural Strength of Cryogenic Steels]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1971, 264 p.
19. Brown, W., Srawley, J. *Ispytaniya vysokoprochnykh metallicheskih materialov na vyazkost razrusheniya pri ploskoy deformatsii* [Plane Strain Crack Toughness Testing of High Strength Metallic Materials]. Mir Publ., Moscow, 1972, 245 p.
20. *Mekhanicheskie svoystva konstrukcionnykh materialov pri nizkikh temperaturakh: sb. nauch. trudov* [Mechanical Properties of Structural Materials at Low Temperatures, ed by I.N. Fridlaynder]. Metallurgiya Publ., Moscow, 1983, 432 p.
21. Brusnitsyna, E.V., Badekha, K.A., Grokhovsky, V.I., Muftakhetdinova, R.F. Martensite morphology in different types of meteorites. *Meteoritics and Planetary Science*, 2018, 53, 6290–6290.

Подана в журнал: 31.10.2023
УДК 523.681.5, 620.178.746.22, 620.172.2, 620.178.3, 620.186
DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.145-158









СОПРОТИВЛЕНИЕ ХРУПКОМУ РАЗРУШЕНИЮ СПЛАВА Fe–17%Ni ВНЕЗЕМНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ (МЕТЕОРИТ ЧИНГЕ) ПРИ СТАТИЧЕСКОМ И ДИНАМИЧЕСКОМ НАГРУЖЕНИИ

В. И. Гроховский^{1, а)}, С. В. Гладковский^{2, б)}, К. А. Бадеха^{1, 3, в)}, В. Е. Веселова^{2, г)}, *

¹Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования
«Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»,
ул. Мира, 19, г. Екатеринбург, 620002, Россия

²Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт машиноведения имени Э. С. Горкунова Уральского отделения Российской академии наук,
ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия

³Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Ордена Ленина и Ордена Октябрьской Революции
Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского Российской академии наук,
ул. Косыгина, 19, г. Москва, 119991, Россия

- а)  <https://orcid.org/0000-0001-5504-1019>  grokh47@mail.ru;
б)  <https://orcid.org/0000-0002-3542-6242>  gsv@imach.uran.ru;
в)  <https://orcid.org/0000-0002-6993-6988>  ksenia_uimina@mail.ru;
г)  <https://orcid.org/0000-0002-4955-6435>  veselova@imach.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: veselova@imach.uran.ru
Адрес для переписки: ул. Комсомольская, 34, г. Екатеринбург, 620049, Россия
Тел.: (343) 374–18–53; факс: (343) 347-53-30

Методами механических испытаний на одноосное растяжение и статический изгиб и инструментированных ударных испытаний призматических образцов с V-образным надрезом в интервале температур 20...–196 °С определены значения условного предела текучести, ударной вязкости и параметров статической и динамической трещиностойкости вещества метеорита Чинге (сплава Fe–17%Ni). Показано, что динамический характер нагружения материала по схеме трехточечного изгиба способствует заметному снижению ударной вязкости (KCV) и работы распространения трещины (KCT) при низкотемпературных испытаниях (–196 °С) и появлению в изломе хрупких участков квазискольного разрушения. Напротив, при статических испытаниях образцов метеорита Чинге с наведенными трещинами показатель статической трещиностойкости K_C (K_{IC}) повышается с понижением температур испытаний от комнатной до температуры жидкого азота, а излом образцов после низкотемпературных испытаний характеризуется преимущественно вязким ямочным рельефом.

Ключевые слова: метеорит, низкотемпературные испытания, ударная вязкость, работа зарождения и распространения трещины, статическая и динамическая трещиностойкость, поверхность разрушения, ямочный и квазискольный рельеф

1. Введение

Проблема исследования структуры и свойств материалов внеземного происхождения (метеориты и астероиды) в последнее время принимает особое значение в связи с осознанием кометно-астероидной опасности для Земли и изысканием возможностей ее предотвращения. Известно, что характер разрушения при соударении тел в космическом пространстве, метеорных тел в земной атмосфере или при ударе о поверхность Земли определяется, прежде всего, его прочностными характеристиками [1]. Однако к настоящему моменту данные о механических свойствах железных метеоритов весьма ограничены [2, 3]. Ударные испытания

вещества железного метеорита Henbury ПАВ [4] при комнатной и пониженной температурах ($T = 300$ К и $T = 195$ К) позволили определить значения ударной вязкости на образцах с U-образным надрезом ($KCU_{300K} = 339$ кДж/м² и $KCU_{195K} = 84,8$ кДж/м²) и приблизительно оценить температуру хрупко-вязкого перехода, соответствующую $T_{50} = 200$ К. Метеорит Henbury при $T = 195$ К продемонстрировал полностью хрупкое разрушение. Испытания двух образцов вещества железного атаксита Ноба IVB [5] показали, что $T_{50} = 150$ К, что существенно ниже, чем у железного метеорита Henbury. При температуре $T = 195$ К образец атаксита Ноба показал абсолютно вязкий характер разрушения, и значение ударной вязкости составило $KCV = 864,5$ кДж/м², а второй образец атаксита Ноба при температуре $T = 77$ К разрушился абсолютно хрупко с пониженным уровнем ударной вязкости $KCV = 88,1$ кДж/м². Сравнительная оценка ударной вязкости метеоритного материала на примере метеоритов Сихотэ-Алинь ПАВ, Дронино ung, Чинге IVB, Царев L5 и Сеймчан PMG проведена нами ранее в работах [6, 7].

Вместе с тем известно, что наиболее полная информация о сопротивлении металлических материалов разрушению при статическом и динамическом нагружении может быть получена по результатам испытаний образцов с предельно острыми концентраторами напряжений в виде наведенных усталостных трещин методами экспериментальной механики разрушения [8, 9]. Благодаря таким испытаниям даже на малоразмерных образцах метеоритного вещества при выполнении условий плоской деформации можно сформировать представление о характере поведения при ударах и разрушении более крупных космических тел, представляющих локальную, региональную или глобальную опасность для Земли. Новые возможности оценки сопротивления вещества метеоритов открывают инструментированные ударные испытания с использованием копров маятникового и ротационного типа, а также копров вертикального удара [10]. Важно, чтобы технические возможности этих копров обеспечивали запись и обработку данных динамического нагружения и построение качественных диаграмм ударных испытаний в координатах « $P - t$ » («нагрузка (усилие) – время») или « $P - f$ » («нагрузка (усилие) – прогиб (перемещение)»). Однако, в отличие от характеристик ударной вязкости, показатели трещиностойкости (вязкости разрушения) метеоритного материала при статическом и динамическом нагружении, за исключением отдельных работ [11], подробно не изучены. В связи с этим задачей настоящего исследования являлось на примере вещества метеорита Чинге (сплава Fe–17%Ni) провести в температурном диапазоне 20...–196 °С сравнительную оценку характеристик ударной вязкости и полученных различными методами показателей статической и динамической трещиностойкости, а также определить механизмы разрушения сплава внеземного происхождения.

2. Материал и методика

Для проведения испытаний были использованы образцы, изготовленные из метеорита Чинге, который является железным атакситом IVB. Атаксит Чинге впервые был обнаружен в 1912 г. на территории Республики Тыва, хотя скульптура Будды, изготовленная из вещества этого метеорита, известна с древних времен [12]. Исследуемый материал является сплавом на основе железа с 17,0 вес. % Ni. Основная часть шлифов метеорита Чинге при исследовании с помощью оптического микроскопа Zeiss Axiovert 40 MAT демонстрирует практически неразличимую однородную микроструктуру, образованную субмикроскопической смесью фаз α -Fe(Ni) и γ -Fe(Ni). Очень редко встречаются зародыши видманштеттовой α -Fe(Ni) фазы с каймой γ -Fe(Ni) фазы (рис. 1). В массивных фрагментах метеорита Чинге могут быть включения добреелита $FeCr_2S_4$, шрейберзита $(Fe,Ni)_3P$ и троилита FeS.

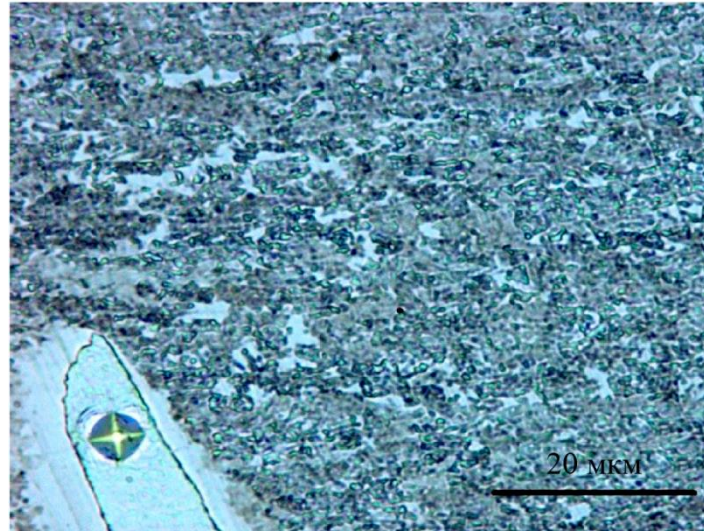


Рис. 1. Оптическое изображение микроструктуры метеорита Чинге: матрица – смесь субмикроскопических фаз α -Fe(Ni) и γ -Fe(Ni); зародыш α -Fe(Ni) с отпечатком пирамиды от измерения микротвердости

Индивидуальный фрагмент метеорита Чинге (рис. 2) был дисковой фрезой разрезан на пластины, из которых были изготовлены образцы размером $10 \times 10 \times 55$ мм для проведения испытаний на ударную вязкость, статическую и динамическую трещиностойкость, а также образцы для испытаний на одноосное растяжение с диаметром рабочей части 5 мм. Для испытаний на ударную вязкость по ГОСТ 9454-78 [13], а также на статическую и динамическую трещиностойкость по ГОСТ 25.506-85 [14] и РД 50-344-82 [15] соответственно использовались стандартные призматические образцы толщиной 10 мм с концентраторами напряжений двух типов: с нанесенным на электроэрозионном станке V-образным надрезом глубиной 2 мм с радиусом в вершине 0,25 мм (тип 11 по ГОСТ 9454-78) и с дополнительно наведенной из вершины надреза при циклическом изгибе усталостной трещиной длиной ≈ 3 мм. Испытания на растяжение, создание усталостных трещин и испытания на статическую трещиностойкость осуществлялись с использованием сервогидравлической испытательной машины Instron-8801. Динамические испытания на ударный изгиб образцов с V-образным надрезом и усталостной трещиной проводились в интервале температур $20 \dots -196$ °C на инструментированном маятниковом копре Tinius Olsen IT542 с записью диаграммы ударного нагружения в координатах «Усилие – перемещение».



Рис. 2. Индивидуальный фрагмент метеорита Чинге, разрезанный на пластины

Охлаждение и выдержка образцов при заданной температуре (15 минут) осуществлялась в специальной криокамере в жидком азоте или в смеси жидкого азота и бензина Калоша. Разделение общей работы разрушения (A) при ударных испытаниях на составляющие ударной вязкости (работу зарождения A_3 и работу распространения трещины A_p) было выполнено на основе изучения экспериментальных диаграмм ударного нагружения в соответствии с рекомендациями ГОСТ 22848-77 [16] (рис. 3).

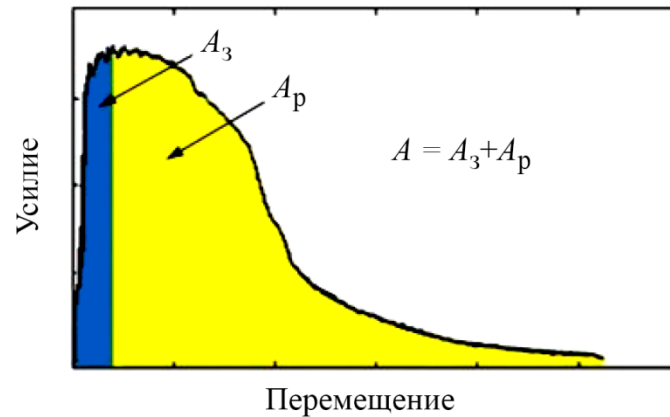


Рис. 3. Схема разделения общей энергии разрушения на составляющие

Показатель динамической трещиностойкости (J_{id}) рассчитывался в соответствии с методикой, описанной в работе [17], на основании результатов испытаний ударных образцов с V-образным надрезом:

$$J_{id} = \frac{2A_3}{B \times (W-a)}, \quad (1)$$

где A_3 – работа зарождения трещины; B – ширина образца; W – высота образца; a – длина концентратора напряжений (надреза или усталостной трещины).

Значения условного предела текучести, показателей статической и динамической трещиностойкости усреднялись по результатам испытаний не менее 2 образцов. Разброс экспериментальных данных не превышал $\pm 2,5\%$.

Фрактографический анализ поверхности разрушения образцов метеоритного материала после статических и динамических испытаний на трещиностойкость и ударную вязкость был выполнен на растровом электронном микроскопе Tescan Vega II XMU.

3. Результаты и обсуждение

Как видно из рис. 4 $a-d$, нагрузка (усилие) на диаграммах ударного нагружения после достижения максимума вплоть до температур испытаний $-40\text{ }^\circ\text{C}$ меняется плавно, что указывает на вязкий характер распространения трещины из вершины надреза. При дальнейшем понижении температуры испытаний до $-80\text{ }^\circ\text{C}$ и далее до $-196\text{ }^\circ\text{C}$ на диаграммах наблюдается резкое падение нагрузки («хрупкий скачок трещины»). Кроме того, с понижением температуры испытаний до $-80\text{ }^\circ\text{C}$ и ниже существенно снижается величина достигнутого к моменту разрушения перемещения ударного ножа при соприкосновении с образцом.

Температурные зависимости общей работы разрушения (A), работы на зарождение трещины (A_3) и ударной вязкости KCV, приведенные на рис. 5, 6, указывают на монотонный характер снижения указанных характеристик с понижением температуры испытаний без выраженного порога хладноломкости.

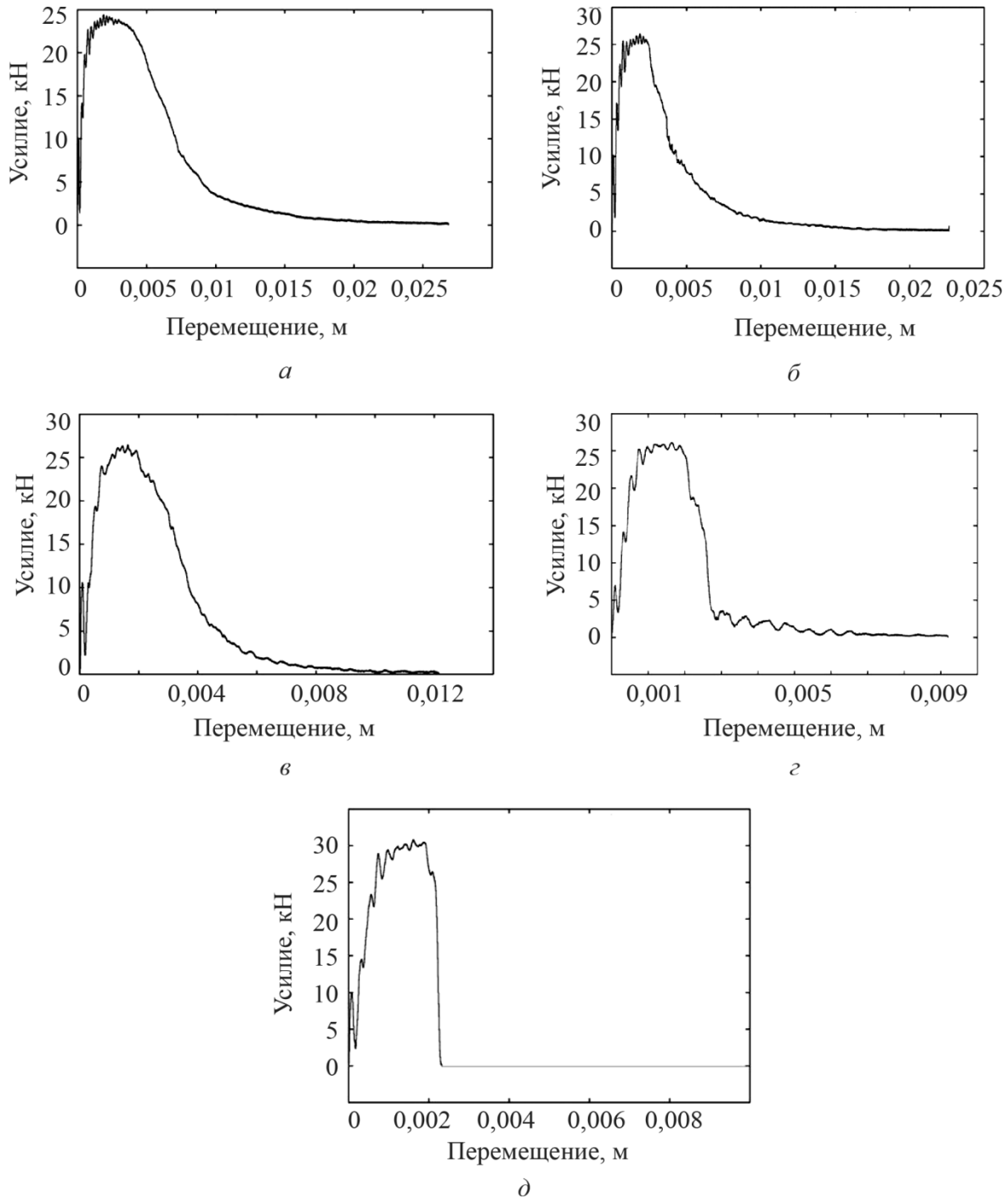


Рис. 4. Диаграммы ударного нагружения образцов метеоритного материала:
 $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (а); $T = -20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (б); $T = -40\text{ }^{\circ}\text{C}$ (в); $T = -80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (г); $T = -196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (д)

Следует отметить, что значения A , A_3 и KCV с понижением температуры испытаний наиболее интенсивно снижаются в интервале температур $20\text{...}-40\text{ }^{\circ}\text{C}$. Работа на зарождение трещины A_3 и рассчитанная по ней динамическая трещиностойкость J_{id} (1) до температуры $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ снижаются незначительно, а при температуре ниже $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, напротив, заметно увеличиваются за счет роста прочностных свойств сплавов системы Fe–Ni с понижением температуры испытаний [18].

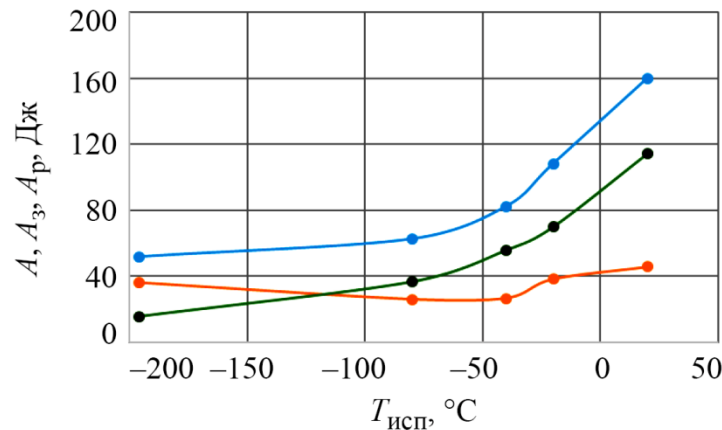


Рис. 5. Температурные зависимости общей работы разрушения A и ее составляющих A_3 (работа на зарождение трещины) и A_p (работа на распространение трещины) образцов из метеорита Чинге: ● – A ; ● – A_3 ; ● – A_p

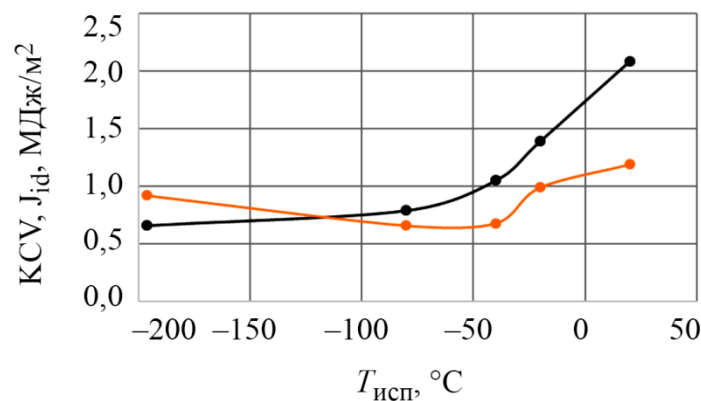


Рис. 6. Температурные зависимости ударной вязкости KCV и динамической трещиностойкости J_{id} образцов из метеорита Чинге: ● – KCV ; ● – J_{id}

С понижением температуры испытаний от комнатной до жидкого азота наблюдается тенденция к увеличению доли работы зарождения трещины в общей работе разрушения (рис. 7).

Фрактографический анализ полученных при различных температурах изломов ударных образцов с V-образным надрезом (рис. 8) показал, что с понижением температуры испытаний от комнатной до жидкого азота механизм разрушения материала атаксита Чинге меняется от вязкого ямочного до смешанного с преобладанием хрупкого квазискольного, и это хорошо согласуется с наблюдаемым снижением значений ударных характеристик и изменением вида диаграмм ударного нагружения.

Из рис. 8 а–в видно, что изломы образцов, испытанных при температурах 20...–40 °С, характеризуются типичным ямочным строением. В то же время на поверхности разрушения образцов после испытаний при температурах –80 и –196 °С наблюдаются только отдельные мелкие ямки на фоне преобладающего квазискольного рельефа поверхности разрушения (рис. 8 г, д).

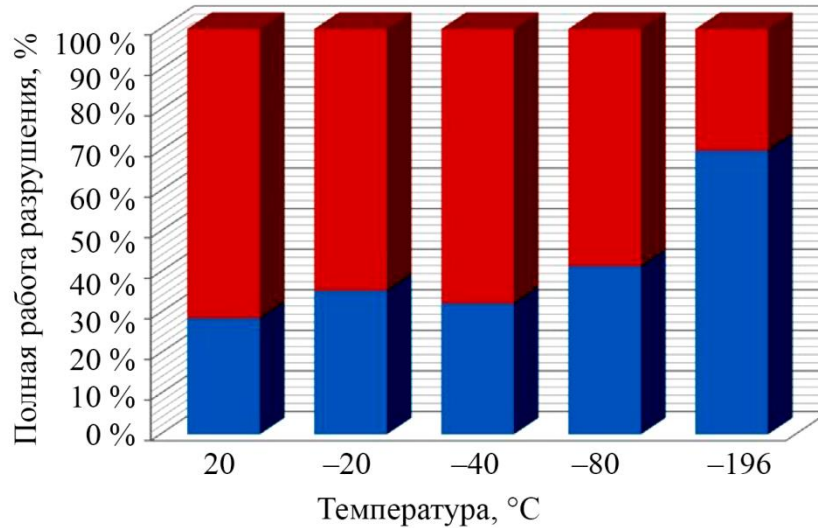


Рис. 7. Соотношение работ зарождения и распространения трещины при ударных испытаниях образцов из метеорита Чинге: ● – A_3 ; ● – A_p

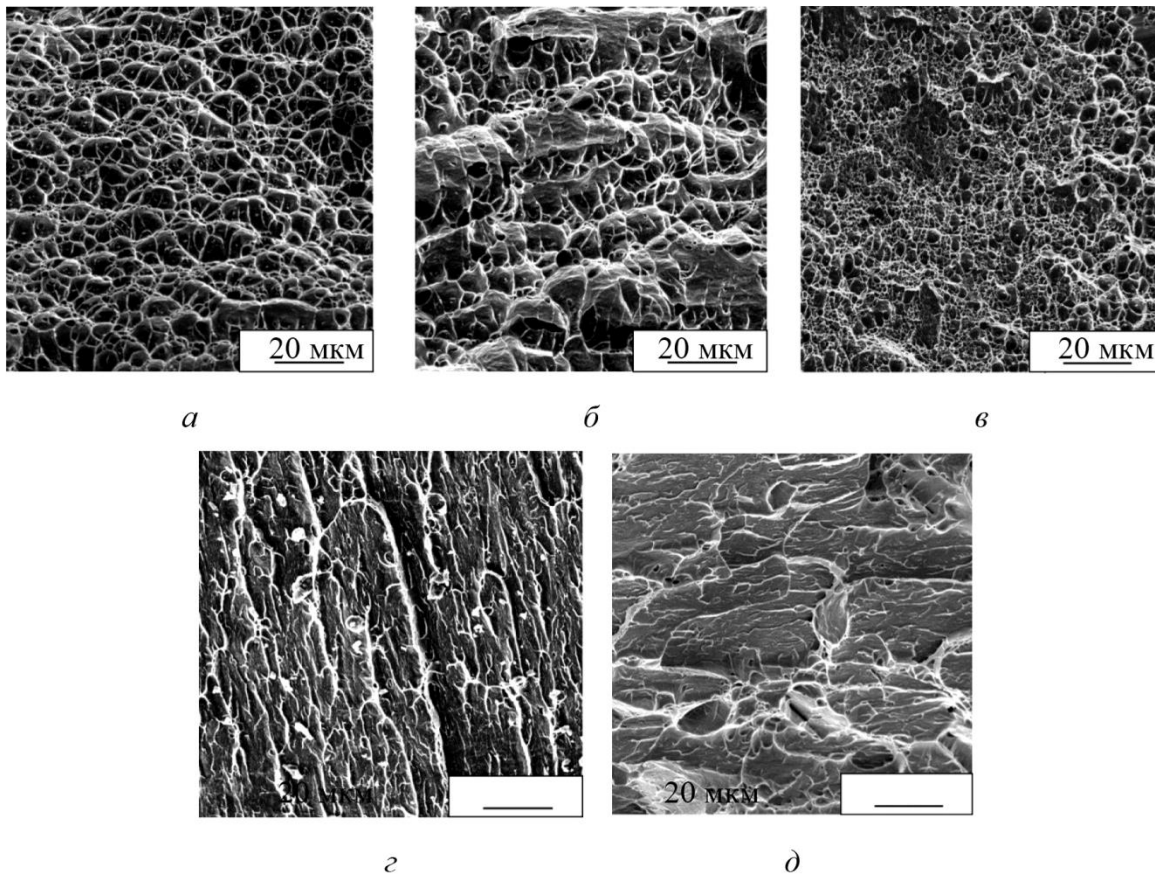


Рис. 8. Микростроение изломов ударных образцов метеорита Чинге с V-образным надрезом после испытаний при различных температурах: $T = 20\text{ °C}$ (а); $T = -20\text{ °C}$ (б); $T = -40\text{ °C}$ (в); $T = -80\text{ °C}$ (г); $T = -196\text{ °C}$ (д)

Результаты испытаний метеоритного материала на статическую трещиностойкость выявили существенное различие диаграмм нагружения в координатах «нагрузка – прогиб (раскрытие трещины)» образцов с наведенными усталостными трещинами при различных

температурах: 20 и -196 °С. Если в процессе испытаний при комнатной температуре страгивание трещины происходит в области малых пластических деформаций, а полное разрушение происходит при значительном перемещении (прогибе) образца, то в испытаниях при температуре жидкого азота страгивание трещины при ее первом скачке соответствует линейной области нагружения (рис. 9 а, б).

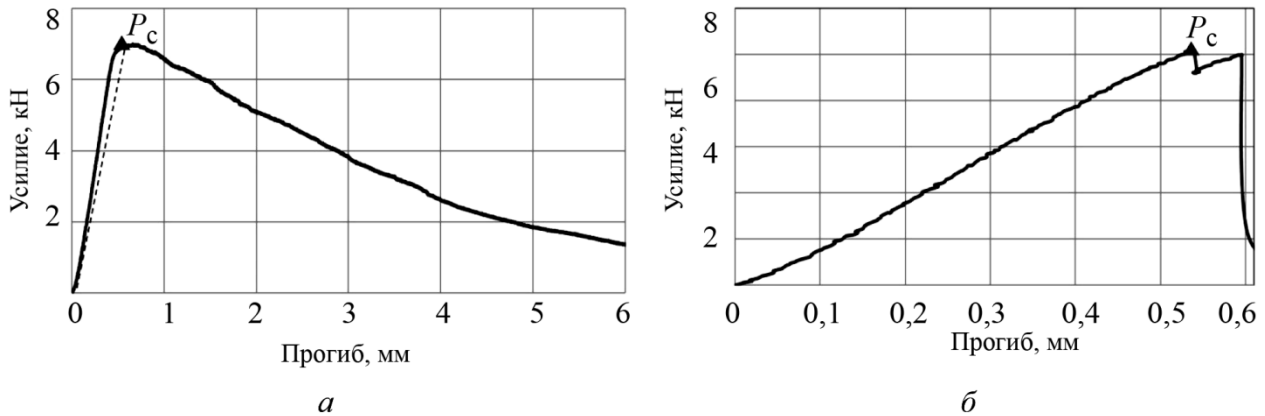


Рис. 9. Диаграммы нагружения образцов метеорита Чинге при испытаниях на статическую трещиностойкость в координатах «усилие – прогиб»: $T = 20$ °С (а); $T = -196$ °С (б)

Нагрузка страгивания трещины P_c определялась по ГОСТ 25.506-85 для образцов, испытанных при комнатной температуре, для соответствующих диаграмм нагружения типа IV, а для образцов, испытанных при -196 °С, принималась за нагрузку первого скачка трещины. В соответствии с рекомендациями ГОСТ 25.506-85 [14] первичные (кажущиеся) значения статической трещиностойкости K_Q рассчитывали по формуле

$$K_Q = \frac{P_Q \times L}{t \times \sqrt{b^3}} \times Y_4, \quad (2)$$

где P_c (P_Q) – критическая нагрузка страгивания трещины; L – расстояние между опорами образца; t – толщина образца; b – высота образца; Y_4 – безразмерный коэффициент, зависящий от длины трещины.

Проверка экспериментально определенных (кажущихся) значений трещиностойкости на выполнение условий плоской деформации по критерию Брауна – Сроули (3) [19]

$$t \geq 2,5 \times (K_Q / \sigma_{0,2})^2, \quad (3)$$

где t – толщина образца, мм; K_Q – кажущаяся трещиностойкость; $\sigma_{0,2}$ – условный предел текучести, показала, что для комнатной температуры испытаний минимальная толщина образцов для обеспечения условий составляет примерно 25 мм, а для испытаний при температуре жидкого азота соответствует 9,86 мм. Таким образом, для толщины исследуемых образцов метеоритного материала 10 мм условие плоской деформации выполняется только при температуре испытаний -196 °С. В этом случае полученное значение трещиностойкости соответствует показателю K_{1C} . На образцах, испытанных при комнатной температуре, статическая трещиностойкость была определена в условиях плоского напряженного состояния и соответствовала показателю K_C . Поэтому экспериментальные значения статической трещиностойкости вещества метеорита Чинге в таблице были представлены как K_C и K_{1C} для условий плоского напряженного состояния и плоской деформации соответственно.

Таблица

Механические характеристики метеорита Чинге при статическом и динамическом нагружении

$T_{\text{исп}}, ^\circ\text{C}$	$\sigma_{0,2}, \text{МПа}$	КCV, МДж/м ²	КСТ, МДж/м ²	$K_{1C} (K_C), \text{МПа}\times\text{м}^{1/2}$	$J_{\text{id}}, \text{МДж/м}^2$	$K_{1d}, \text{МПа}\times\text{м}^{1/2}$
20	825	2,08	0,70	81,1 (K_C)	1,19	123,9
-196	1480	0,66	0,09	91,1	0,92	104,5

Следует отметить, что полученные в работе значения параметров статической трещиностойкости $K_{1C} (K_C) = 91,1 (81,1) \text{ МПа}\times\text{м}^{1/2}$ существенно ниже по сравнению показателями сопротивления хрупкому разрушению криогенных железо-никелевых сталей с содержанием никеля 9–12 %, определенными в условиях плоского напряженного состояния в интервале температур от 20 до $-196 ^\circ\text{C}$, $K_C = 144\dots 188 \text{ МПа}\times\text{м}^{1/2}$ [20].

Наличие более острого концентратора в виде усталостной трещины длиной $\approx 5 \text{ мм}$, по сравнению с V-образным надрезом, резко меняет вид диаграмм ударного нагружения (рис. 4, 10). На начальной стадии диаграммы ударного нагружения образца, испытанного при комнатной температуре, имеются множественные осцилляции нагрузки, а на конечной стадии роста трещины диаграмма приобретает пилообразный вид. Диаграмма удара образцов, испытанных при $-196 ^\circ\text{C}$, состоит из двух острых пиков. Наблюдаемые особенности диаграмм ударного нагружения, вероятно, связаны с тем, что пластическая составляющая в общей работе разрушения в случае более острого концентратора напряжения (усталостная трещина) значительно меньше, чем при испытании образцов с V-образным надрезом. В соответствии с рекомендациями [15] для расчета значений K_{1d} использовали формулу (2) для определения статической трещиностойкости, но в качестве значения P_C подставлялась максимальная достигнутая нагрузка при испытаниях на ударный изгиб.

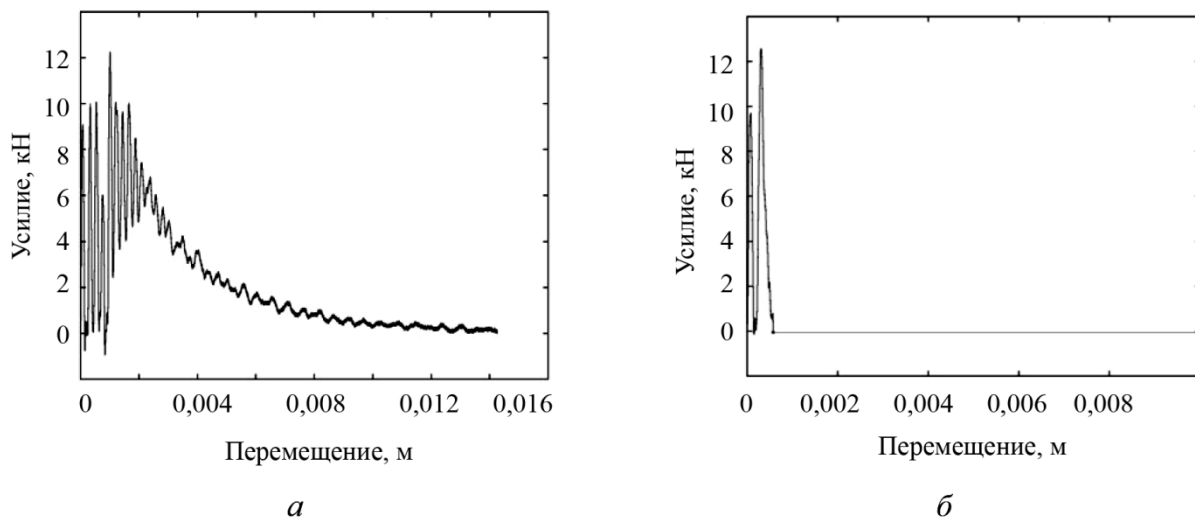


Рис. 10. Диаграммы ударного нагружения образцов из метеорита Чинге с концентратором в виде усталостной трещины в координатах «усилие – перемещение»: $T = 20 ^\circ\text{C}$ (а); $T = -196 ^\circ\text{C}$ (б)

Сравнительные значения ударной вязкости для образцов с V-образным надрезом и дополнительно наведенной из него усталостной трещиной (КCV и КСТ), а также статической и динамической трещиностойкости, приведенные в таблице, указывают на то, что с понижением температуры испытаний от 20 до $-196 ^\circ\text{C}$ наиболее резко уменьшается ударная вязкость КСТ (в 7 раз) и в меньшей степени – ударная вязкость образцов с надрезом (в 3 ра-

за). При этом показатели динамической трещиностойкости J_{id} и K_{1d} , определяемые по работе зарождения и нагрузке страгивания трещины соответственно, с понижением температуры испытания от комнатной до точки жидкого азота снижаются в значительно меньшей степени (в 1,2–1,3 раза). Статическая трещиностойкость метеоритного материала, напротив, с понижением температуры испытаний от комнатной до жидкого азота заметно увеличивается, что может быть связано с повышением разрушающей нагрузки и ростом сопротивления пластической деформации ($\sigma_{0,2}$) при понижении температуры испытаний (см. табл.).

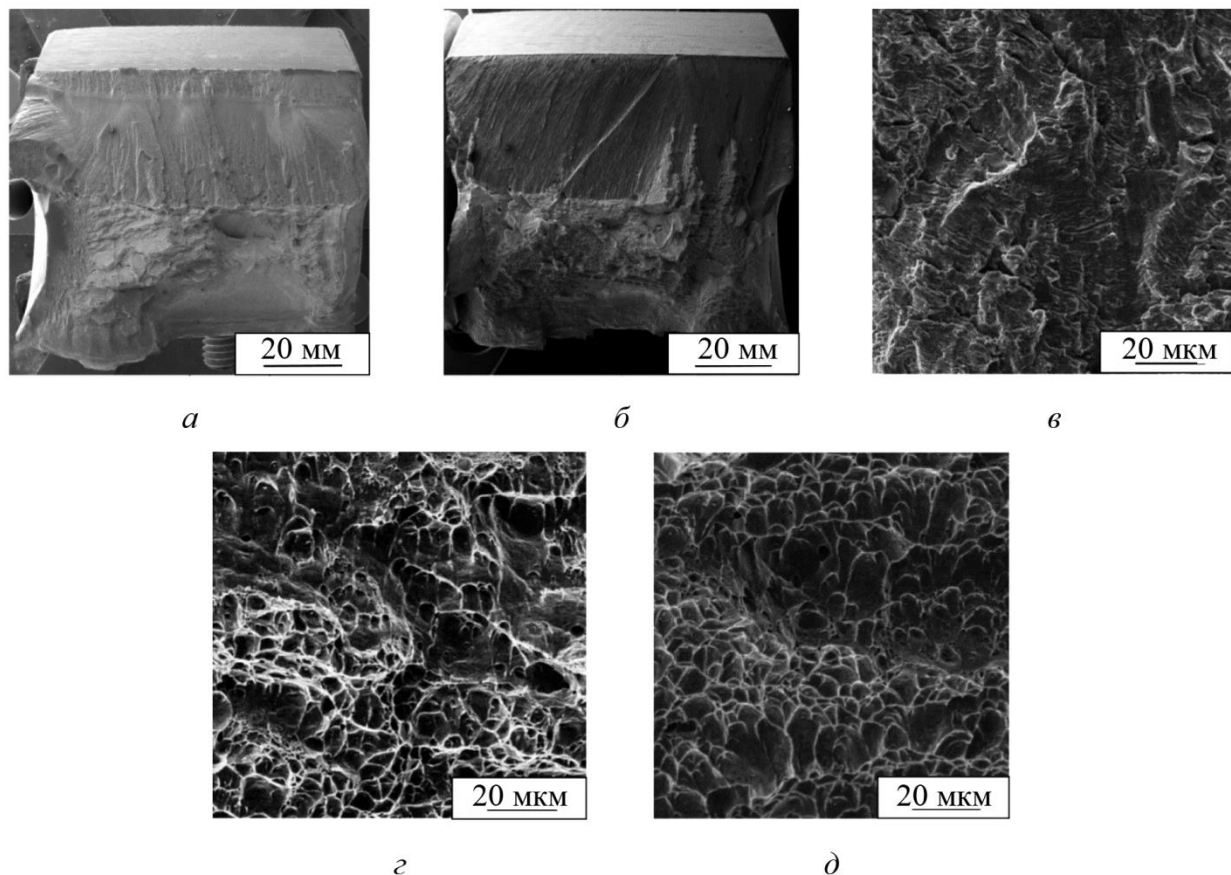


Рис. 11. Поверхности разрушения ударных образцов из метеорита Чинге после испытаний на статическую трещиностойкость при 20 °С (а, в, з) и –196 °С (б, д): общий вид излома (а, б); микростроение зоны роста усталостной трещины (в); микростроение зоны долома (з, д)

Изучение поверхности разрушения образцов из метеорита Чинге с наведенной усталостной трещиной после испытаний на статическую трещиностойкость не выявило на макроскопическом уровне существенного отличия в морфологии изломов, полученных при температурах 20 и –196 °С (рис. 11 а, б). Зона долома этих образцов имеет вязкий, волокнистый рельеф с характерными боковыми утяжками («губами среза»), свидетельствующими о существенном вкладе пластической деформации в работу разрушения при ударном изгибе.

По данным фрактографического анализа, на поверхности циклического роста трещины, наведенной из вершины V-образного надреза при комнатной температуре, присутствуют элементы гребенчатого рельефа, вторичные трещины и характерные усталостные бороздки (рис. 11 в). Микростроение зон долома образцов, испытанных при комнатной температуре, характеризуется наличием глубоких вязких ямок различного размера, а изломы образцов после низкотемпературных испытаний при –196 °С содержат менее глубокие низкоэнергетические ямки и вытянутые плоские фасетки квазискола (рис. 11 з, д).

Высокий уровень значений трещиностойкости для сплава Fe–17%Ni внеземного происхождения обусловлен, прежде всего, смесью дисперсных фаз, сформировавшихся при весьма медленном охлаждении с реализацией фазовых превращений $\gamma\text{-Fe(Ni)} \rightarrow \alpha_2\text{-Fe(Ni)} + \gamma\text{-Fe(Ni)} \rightarrow \alpha\text{-Fe(Ni)} + \gamma\text{-Fe(Ni)}$ [21]. Такой механизм формирования структуры аналогичен бейнитному превращению в сталях.

4. Заключение

При отсутствии выраженного порога хладноломкости ударная вязкость (KCV) и работа распространения трещины (A_p) метеоритного вещества Чинге наиболее заметно снижается в интервале температур 20...–60 °С, а затем уменьшается более плавно, оставаясь на достаточно высоком уровне и при температуре кипения жидкого азота.

Определенная на образцах с V-образным надрезом работа зарождения трещины (A_3) и динамическая трещиностойкость (J_{id}) с понижением температуры испытаний меняются по кривой с минимумом, соответствующим температуре –80 °С. Понижение температуры испытаний способствует повышению работы зарождения трещины в общей работе разрушения ударного образца.

Понижение температуры динамических (ударных) испытаний от 20 до –196 °С приводит к смене механизма разрушения от вязкого ямочного к хрупкому квазискольному. При этом в наибольшей степени снижаются характеристики ударной вязкости КСТ (в 7 раз) и KCV (в 3 раза).

Показатели динамической трещиностойкости J_{id} и K_{1d} , определенные по величине работы разрушения и нагрузке страгивания трещины для образцов с усталостной трещиной и острым надрезом соответственно, с понижением температуры испытания от комнатной до точки кипения жидкого азота снижаются в значительно меньшей степени (в 1,2–1,3 раза).

Понижение температуры испытаний от 20 до –196 °С, обеспечивающее выполнение условий плоской деформации, позволило определить корректные значения показателя статической трещиностойкости материала метеорита Чинге ($K_{1C} = 91,1 \text{ МПа} \times \text{м}^{1/2}$), что на 12 % превышает значение $K_C = 81,1 \text{ МПа} \times \text{м}^{1/2}$.

Наблюдаемый рост силового показателя статической трещиностойкости при понижении температуры испытаний до –196 °С связан с ростом нагрузки страгивания трещины в условиях возрастания низкотемпературных прочностных свойств сплавов системы Fe–Ni.

Высокий уровень значений K_{1C} (K_C) при температурах 20 и –196 °С хорошо согласуется с данными фрактографического анализа, свидетельствующими о сохранении преобладающего вязкого ямочного рельефа поверхности разрушения в изломе всех образцов, испытанных на статическую трещиностойкость.

Благодарность

Авторы выражают благодарность старшим научным сотрудникам Института машиноведения имени Э. С. Горкунова УрО РАН к.т.н. Вичужанину Д. И. и к.т.н. Каманцеву И. С. за помощь в проведении испытаний на растяжение и статическую трещиностойкость. Работа выполнена в рамках соглашения с Министерством науки и высшего образования РФ № 075-03-2023-006 (тема FEUZ-2023-0014) и госзадания Минобрнауки № АААА-А18-118020790147-4. Исследования проводились с использованием оборудования ЦКП «Плассометрия» ИМАШ УрО РАН. Авторы благодарят за поддержку Министерство науки и высшего образования РФ в рамках Программы развития УрФУ в соответствии с программой «Приоритет-2030».

Литература

1. Адушкин В. В., Немчинов И. В., Светцов В. В. Катастрофические воздействия космических тел / под ред. В. В. Адушкина, И. В. Немчинова. – М. : ИКЦ «Академкнига», 2005. – 310 с.
2. Petrovic J. J. Review Mechanical properties of meteorites and their constituents // *Journal of material science*. – 2001. – Vol. 36. – P. 1579–1583. – DOI: 10.1023/A:1017546429094.
3. Slyuta E. N. Physical and mechanical properties of stony meteorites // *Solar System Research*. – 2017. – Vol. 51. – P. 64–85. – DOI: 10.1134/S0038094617010051.
4. Remo J. L., Johnson A. A. A preliminary study of the ductile-brittle transition under impact conditions in material from an octahedrite // *Journal of Geophysical Research*. – 1975. – Vol. 80, iss. 26. – P. 3744–3748.
5. Johnson A. A., Remo J. L., Davis R. B. The Low temperature impact properties of the meteorite Hoba // *Journal of Geophysical research*. – 1979. – Vol. 84, iss. B4. – DOI: 10.1029/JB084iB04p01683.
6. Grokhovsky V. I., Gladkovsky S. V. The impact mechanical tests of meteorites // *Meteoritics and Planetary Science*. – 2010. – Vol. 45. – P. A69–A69.
7. Grokhovsky V. I., Gladkovsky S. V. The impact mechanical tests of Seymchan and Chinga meteorites // *Meteoritics and Planetary Science*. – 2018. – Vol. 53. – P. 6276–6276.
8. Ботвина Л. Р. Разрушение: кинетика, механизмы, общие закономерности. – М. : Наука, 2008. – 334 с.
9. Пестриков В. М., Морозов Е. М. Механика разрушения : курс лекций. – СПб. : Профессия, 2012. – 552 с.
10. Gladkovskiy S. V. Инструментированные ударные испытания в материаловедении // *Перспективные материалы : учебное пособие*. Глава 6 / под ред. Д. Л. Мерсона. – Тольятти : Изд-во ТГУ, 2021. – 336 с.
11. Grokhovsky V. I., Gladkovsky S. V. Brittle fracture resistance of Chinga and Seymchan meteorites under static and impact loading // *Meteoritics and Planetary Science*. – 2019 – Vol. 54. – P. 6429.
12. Buddha from space – an ancient object of art made of a Chinga iron meteorite fragment / E. Buchner, M. Schmieder, G. Kurat, F. Brandstätter, U. Kramar, T. Ntaflou, J. Kröcher // *Meteoritics and Planetary Science*. – 2012. – Vol. 47 (9). – P. 1491–1501.
13. ГОСТ 9454–78.
14. ГОСТ 25.506–85.
15. РД 50–344–82.
16. ГОСТ 22848–77.
17. Ботвина Л. Р. Основы фрактодиагностики. – М. : Техносфера, 2022. – 394 с.
18. Лебедев Д. В. Конструктивная прочность криогенных сталей. – М. : Металлургия, 1971. – 264 с.
19. Браун У., Сроули Дж. Испытания высокопрочных металлических материалов на вязкость разрушения при плоской деформации. – М. : Мир, 1972. – 245 с.
20. Механические свойства конструкционных материалов при низких температурах : сб. науч. трудов / пер. с англ. под ред. И. Н. Фридляндера. – М. : Металлургия, 1983. – 432 с.
21. Martensite morphology in different types of meteorites / E. V. Brusnitsyna, K. A. Badekha, V. I. Grokhovsky, R. F. Muftakhedinova // *Meteoritics and Planetary Science*. – 2018. – Vol. 53. – P. 6290–6290.

Received: 31.10.2023

Revised: 15.12.2023



Accepted: 29.12.2023

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.159-164

SEPARATION IN Fe–Ni AND Fe–Ni–P ALLOYS UNDER ELECTRON IRRADIATION AND ISOCHRONOUS ANNEALING

S. E. Danilov

*M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia*

 <https://orcid.org/0000-0001-9815-8196>  danilov@imp.uran.ru

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

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russia
Tel.: +7 (343) 378-3850

The annealing of radiation defects in the Fe–34.7at.%Ni and Fe–34.6at.%Ni–0.1at.%P alloys irradiated with 5 MeV electrons is studied by the method of residual electrical resistivity. It is shown that, during annealing after irradiation at 80 K, vacancies become mobile in the region of 220 K with a migration energy of about 0.6 eV. In this case, vacancy-impurity complexes (clusters) are formed, and in the H36 alloy vacancy clusters are formed. Under irradiation at room temperatures, vacancy defects accumulate in the form of vacancy clusters. The dissociation of these clusters at 350–550 K results in the appearance of freely migrating vacancies and enhanced self-diffusion. This leads to radiation-accelerated ordering processes in the Fe–Ni and Fe–Ni–P alloys. At temperatures around 800 K, homogenization of the solid solution occurs. The details and stages of the dissociation of vacancy-impurity complexes are discussed.

Keywords: irradiation, electrons, electrical resistivity, Fe–Ni invar alloy, phosphorus, point defect sinks, solid solution separation

Acknowledgment

The research was carried out under the state assignment from the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (theme Function, No. 122021000035-6).

References

1. Dimitrov, C. and Dimitrov, O. Composition dependence of defect properties in electron-irradiated Fe–Cr–Ni solid solutions. *Journal of Physics F: Metal Physics*, 1984, 14 (4), 793–811. DOI 10.1088/0305-4608/14/4/005.
2. Huguenin, D., Moser, P., and Vanoni, F. Vacancy clustering in electron-irradiated FeNiCr austenitic alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 1989, 169 (2), 73–78. DOI: 10.1016/0022-3115(89)90522-9.
3. Chamberod, A., Laugier, J., and Pénisson, J. Electron irradiation effects on iron–nickel invar alloys. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 1979, 10 (2–3), 139–144. DOI: 10.1016/0304-8853(79)90165-3.
4. Arbuzov, V.L., Druzhkov, A.P., and Danilov, S.E. Effects of phosphorus on defects accumulation and annealing in electron-irradiated Fe–Ni austenitic alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 2001, 295 (2–3), 273–280. DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.
5. Arbuzov, V.L., Danilov, S.E., Druzhkov, A.P., and Pavlov, V.A. Accumulation and annealing of radiation defects in Fe–Ni and Fe–Ni–P electron-irradiated alloys. *The Physics of Metals and Metallography*, 2000, 89 (4), 373–377.
6. Druzhkov, A.P., Danilov, S.E., Perminov, D.A., and Arbuzov, V.L. Formation and evolution of intermetallic nanoparticles and vacancy defects under irradiation in Fe–Ni–Al ageing alloy characterized by resistivity measurements and positron annihilation. *Journal of Nuclear Materials*, 2016, 476, 168–178. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2016.04.045.

Подана в журнал: 31.10.2023



УДК 539.12.04:621.78: 669.15.24

DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.159-164

РАССЛОЕНИЕ В СПЛАВАХ Fe–Ni И Fe–Ni–P ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ЭЛЕКТРОНАМИ И ИЗОХРОННОМ ОТЖИГЕ

С. Е. Данилов

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов им. М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620137, Россия*

 <https://orcid.org/0000-0001-9815-8196>  danilov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: danilov@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия
Тел.: +7 (343) 378-38-50

Методом остаточного электросопротивления исследован отжиг радиационных дефектов в облученных 5-МэВ электронами сплавах Fe–Ni, и Fe–Ni–P. Показано, что при отжиге после облучения при 80 К вакансии становятся подвижными в районе 220 К с энергией миграции около 0,6 эВ. При этом образуются вакансионно-примесные комплексы (кластеры), а в сплаве N36 – чисто вакансионные кластеры. При облучении в районе комнатных температур происходит накопление вакансионных дефектов в виде вакансионных кластеров. Диссоциация этих кластеров при температурах 350–550 К приводит к появлению свободно мигрирующих вакансий и усилению самодиффузии. Это приводит к радиационно-ускоренным процессам упорядочения в сплавах Fe–Ni и Fe–Ni–P. При температурах около 800 К происходит гомогенизация твердого раствора. Обсуждаются детали и этапы диссоциации вакансионно-примесных комплексов.

Ключевые слова: облучение, электроны, электросопротивление, инварный сплав Fe–Ni, фосфор, стоки точечных дефектов, расслоение твердого раствора

1. Введение

Аустенитные нержавеющие стали широко используются в качестве конструкционных материалов для компонентов атомных реакторов. Много усилий было сделано, чтобы продлить срок их службы за счет повышения сопротивления распуханию [1, 2]. Сплавы системы Fe–Ni являются важной основой для многих конструкционных сталей. В том числе существует ряд практически важных инварных сплавов с концентрацией никеля на уровне 30–50 %. Вопросы стабильности этих сплавов при различных воздействиях и условий деградации инварности являются важными с практической и научной точек зрения, поскольку эти процессы до конца не ясны. Одной из причин нестабильности обычно называют структурно-фазовые превращения, поскольку при комнатных температурах эти сплавы являются метастабильными [3]. При облучении происходят радиационно-ускоренные процессы, в том числе и структурно-фазовые превращения (СФП), которые во многом определяют радиационную повреждаемость, приводя к таким негативным явлениям, как вакансионное распухание и охрупчивание. Эти процессы непосредственно связаны со свободной миграцией точечных дефектов, генерируемых облучением. При электронном облучении генерируются только отдельные свободно мигрирующие дефекты. Диффузионная длина мигрирующих радиационных дефектов, определяющая эффективность облучения в осуществлении СФП, зависит от типа и концентрации стоков точечных дефектов.

При температурах 300–600 К диффузионная подвижность атомов мала, поэтому применение традиционных методов, основанных на термических и термомеханических воздействиях, не позволяет достичь состояний, близких к равновесным. Воздействие частицами высоких энергий значительно ускоряет протекание диффузионных процессов вследствие образования большого числа радиационных точечных дефектов – вакансий и междоузельных атомов.

Известно, что атомы фосфора сильно взаимодействуют с радиационными дефектами в никелевых сплавах, оказывая влияние на характер радиационного повреждения. Эффективность облучения в ускорении структурно-фазовых изменений определяется температурой, скоростью генерации дефектов, типом и концентрацией стоков точечных дефектов, которыми могут служить дислокации, вакансионные кластеры, межфазные границы [4]. При расслоении образуются наноразмерные области с различным фазовым составом, границы между которыми, в свою очередь, могут также служить стоками для точечных дефектов. В случае применения облучения для ускорения диффузии было установлено, что в районе 500–600 К в сплавах с концентрацией никеля на уровне 30–45 % происходит расслоение на высоконикелевую и низконикелевую фазы и упорядочение их по типу FeNi и Fe₃Ni [3].

При расслоении под электронным облучением нами было получено, что в сплаве Fe–Ni с содержанием никеля 36 % при повышенных температурах наблюдается сильный рост электросопротивления, который может быть использован в качестве индикатора происходящего расслоения. При этом наиболее существенно радиационно-стимулированное расслоение твердого раствора происходит в интервале температур 450–600 К [5].

Целями данной работы было изучение поведения точечных дефектов и их воздействия на процессы расслоения и эволюции образующихся наноразмерных фаз при различных температурах и при накоплении и отжиге вакансионных дефектов в сплавах Fe–Ni и Fe–Ni–P при электронном облучении при низких и комнатных температурах.

2. Материалы и методики

Исследования были проведены на чистых сплавах Fe–Ni (34,7 ат. % Ni) и Fe–Ni–P (34,6 ат. % Ni и 0,1 ат. % P), содержащих около 0,01 ат. % углерода. Пластины сплава Fe–Ni толщиной 100 мкм после вакуумного переplava компонентов были получены холодной прокаткой. Из них электроискровым способом были вырезаны образцы для измерения электросопротивления с шириной рабочей части 0,6 мм и длиной 8 мм. Далее образцы травили электрополировкой на глубину около 10 мкм, отжигали в вакууме 10⁻⁶ торр около часа при 1323 К и закачивали в воду со скоростью ≈500 К/с. Для получения сплава Fe–Ni–P часть образцов сплава Fe–Ni насыщали фосфором из газовой фазы в закрытом кварцевом объеме, предварительно откачанном до 10⁻⁶ Па. Насыщение проводилось 18 часов при 1323 К с последующим быстрым охлаждением. Концентрация фосфора составляла ~0,1 ат. %.

Облучение 5-МэВ электронами проводилось при 80 К и при 270 К на линейном ускорителе электронов ЛУЭ-5 в проточном гелиевом криостате. Для обеспечения гомогенности облучения проводилось сканирование пучка электронов по облучаемому сечению. Температура в процессе облучения поддерживалась с точностью ±10 К. После облучения сплавы отжигали изохронно со средней скоростью нагрева 1 К/мин. Использовалось измерение остаточного электросопротивления, чувствительного не только к искажениям решетки 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 %. Согласно оценкам по данным ПЭМ, средний размер зерна в образцах составлял ≈50 мкм, плотность дислокаций – ≈10¹¹ м⁻². Рентгеноструктурный анализ закаленных образцов показал наличие в них 100 % аустенитной фазы.

3. Результаты и обсуждение

На рис. 1 изображены зависимости остаточного электросопротивления от температуры изохронного отжига для сплавов Fe–Ni и Fe–Ni–P, необлученных и после облучения при 80 К до дозы $1,3 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$ и при 270 К до дозы $5 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$. В нижней части рисунка приведены дифференцированные зависимости для облученных сплавов на интервале 80–600 К.

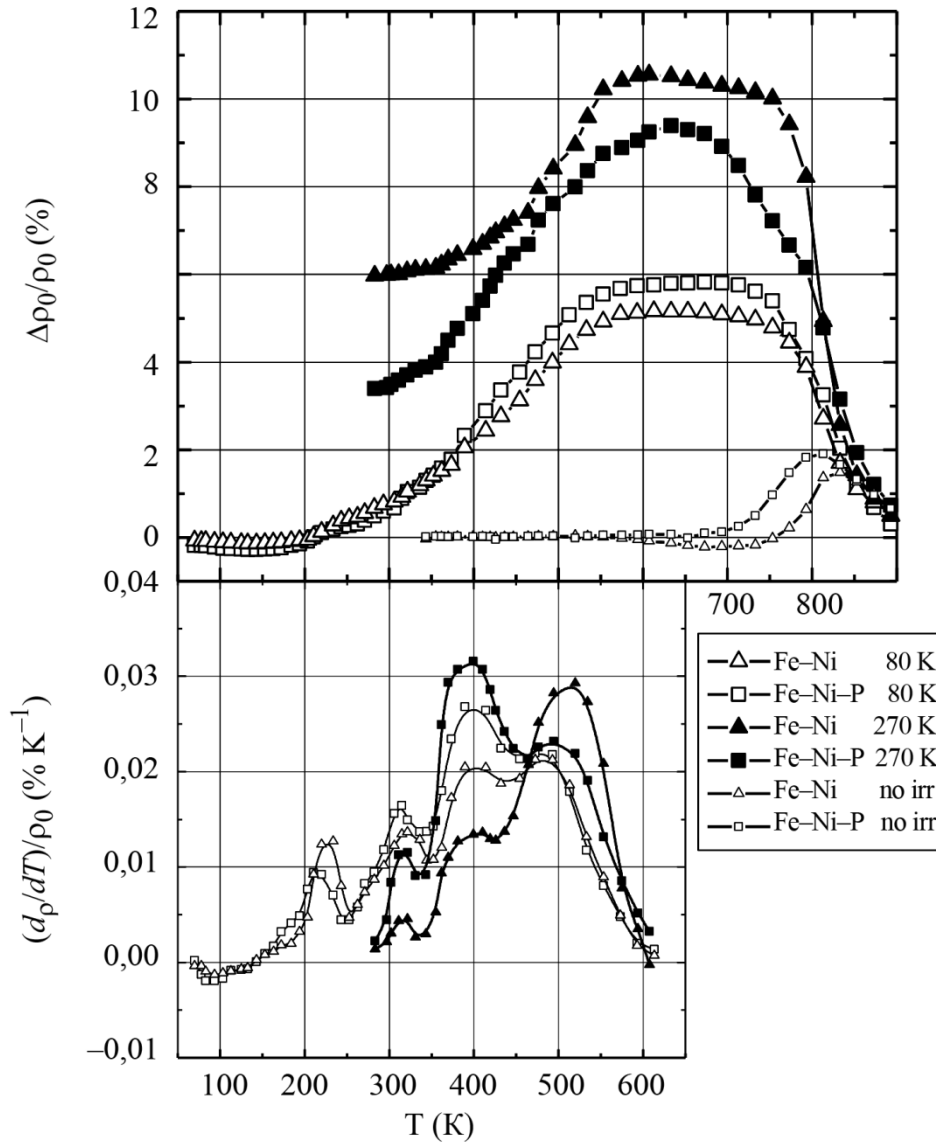


Рис. 1. Изменения остаточного электросопротивления сплавов Fe–Ni и Fe–Ni–P после облучения при 80 К, при 270 К и без облучения в зависимости от температуры изохронного отжига со средней скоростью нагрева 1 К/мин. В нижней части рисунка приведены результаты дифференцирования этих зависимостей.

Прирост сопротивления после облучения при температуре 80 К очень мал по сравнению с наблюдаемым ростом сопротивления при отжиге и не виден на его фоне.

Как видно из рисунка, наблюдается рост сопротивления начиная примерно с 220 К, что обусловлено процессами ближнего упорядочения по типу расслоения, которые идут в облученных сплавах. В необлученных сплавах никаких изменений не происходит до 700 К, когда за счет термической диффузии начинается расслоение, происходящее до 820 К, а затем –

термическая гомогенизация в соответствии с равновесной температурной зависимостью. К этой зависимости сходятся также графики для облученных сплавов.

Рост сопротивления в интервале 100–600 К на облученных сплавах существенно превышает величины, которые могут быть достигнуты за счет накопления точечных дефектов. Этот рост, вероятно, обусловлен только процессами расслоения, которые происходят за счет ускорения диффузии при миграции точечных дефектов. Из дифференцированных зависимостей видно, что миграция дефектов происходит в несколько этапов, которые приводят к появлению пиков на дифференцированных кривых при 220, 320, 400 и 510 К, причем три последних пика на кривых для сплавов, облученных при 80 и 270 К совпадают.

Известно из данных по аннигиляции позитронов [4], что вакансии в этих сплавах при 300 К уже мигрируют при облучении и образуют вакансионные скопления. На дифференцированных кривых после облучения при 80 К ниже 300 К присутствует только один, общий для всех сплавов, пик при 220 К, который может отвечать миграции вакансий. В этом случае по положению пика можно оценить энергию миграции вакансий, которая составляет около 0,6 эВ.

Таким образом, миграция вакансий при 220 К приводит в сплавах Fe–Ni и Fe–Ni–P к образованию вакансионных кластеров, причем в сплаве Fe–Ni–P эти кластеры образуются на атомах фосфора. Пики, расположенные на температурной шкале выше 300 К, очевидно, соответствуют различным этапам эволюции вакансионных кластеров. Возможно, пик при 320 К, присутствующий на дифференцированных кривых для всех сплавов, соответствует распаду простейших кластеров типа тривакансий с последующим укрупнением оставшихся кластеров. Кластеры, содержащие атомы фосфора, практически распадаются до 423 К с образованием более крупных вакансионных комплексов. Следовательно пик около 400 К связан именно с этим процессом и, соответственно, он существенно выше именно для сплава, содержащего фосфор.

4. Заключение

Миграция радиационных дефектов приводит к ускорению процессов упорядочения и распада твердого раствора. Исследование этих процессов с помощью измерения электросопротивления позволяет проследить за поведением точечных дефектов (за этапами эволюции точечных дефектов). Миграция моновакансий начинается уже при 220 К. Энергия миграции около 0,6 эВ. В процессе миграции вакансий образуются вакансионные кластеры. Атомы фосфора служат центрами для зарождения этих кластеров, причем вакансионные кластеры на атомах фосфора термически более устойчивы.

Необходимы дополнительные исследования, чтобы лучше понять, как когерентные интерметаллические выделения влияют на эволюцию точечных дефектов. Измерение остаточного электросопротивления в сочетании с методом аннигиляции позитронов представляется многообещающим подходом к исследованиям этого явления.

Благодарность

Исследование выполнено в рамках государственного задания Минобрнауки РФ (тема «Функция», № 122021000035-6).

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. – 1984. – Vol. 14 (4). – P. 793–811. – DOI 10.1088/0305-4608/14/4/005.
2. Huguenin D., Moser P., Vanoni F. Vacancy clustering in electron-irradiated FeNiCr austenitic alloys // Journal of Nuclear Materials. – 1989. – Vol. 169 (2). – P. 73–78. – DOI: 10.1016/0022-3115(89)90522-9.

3. Chamberod A., Laugier J., Pénisson J. Electron irradiation effects on iron–nickel invar alloys // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. – 1979. – Vol. 10 (2–3). – P. 139–144. – DOI: 10.1016/0304-8853(79)90165-3.
4. Arbuzov V. L., Druzhkov A. P., Danilov S. E Effects of phosphorus on defects accumulation and annealing in electron-irradiated Fe–Ni austenitic alloys // *Journal of Nuclear Materials*. – 2001. – Vol. 295 (2–3). – P. 273–280. – DOI: 10.1016/S0022-3115(01)00505-0.
5. Accumulation and annealing of radiation defects in Fe-Ni and Fe-Ni-P electron-irradiated alloys / V. L. Arbuzov, S. E. Danilov, A. P. Druzhkov, V. A. Pavlov // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2000. – Vol. 89 (4). – 373–377.
6. Formation and evolution of intermetallic nanoparticles and vacancy defects under irradiation in Fe–Ni–Al ageing alloy characterized by resistivity measurements and positron annihilation / S. E. Danilov, D. A. Perminov, V. L. Arbuzov // *Journal of Nuclear Materials*. – 2016. – Vol. 476. – P. 168–178. – DOI: 10.1016/j.jnucmat.2016.04.045.

Received: 31.10.2023

Revised: 24.12.2023



Accepted: 29.12.2023



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.165-174

THE POSSIBILITIES OF RAPID TESTING OF STEEL ELEMENTS IN REINFORCED CONCRETE

Yu. Ya. Reutov^{a), *} and V. I. Pudov^{b)}

*M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences,
18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia*

^{a)}  <https://orcid.org/0000-0002-7847-6004>  asija1@yandex.ru;

^{b)}  <https://orcid.org/0000-0003-3143-7195>  pudov@imp.uran.ru

*Corresponding author. E-mail: asija1@yandex.ru

Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russian
Tel.: +7 (343) 378-3674

An electromagnetic device has been developed for rapid testing of ferromagnetic reinforcement in reinforced concrete structures. The device consists of two flat frame magnetizing coils and a receiver of the stray magnetic field from the magnetized reinforcement. Numerical simulation of the proposed device has been performed, allowing one to select the optimal ratio of its dimensions and evaluate its expected characteristics. The possibility of receiving a signal functionally related to a change in the reinforcement diameter is shown.

Keywords: reinforced concrete, reinforcement, frame coil, magnetization, numerical simulation, magnetic permeability, field strength, induction

Acknowledgment

The work was performed under the state assignment from the Russian Ministry of Science and Higher Education, theme Diagnostics, No. 122021000030-1.

References

1. Gulunov, A.V. Techniques and instruments for nondestructive testing of concrete. V Mire Nerazrushayushchego Kontrolya, 2002, 2 (16), 24–25. (In Russian).
2. Pudov, V.I. Electromagnetic devices for assessment of the state of reinforcement elements in reinforced-concrete structures. Russian Journal of Nondestructive Testing, 2006, 42, 369–377. DOI: 10.1134/S1061830906060039.
3. Litvinenko, A.A., Reutov, Yu.Ya., Dyakin, V.V., and Dudarev, M.L. Determination of the diameter and depth of reinforcement occurrence in concrete structures. Defektoskopiya, 1995, 9, 63–70. (In Russian).
4. Zatsepin, N.N., Gusev, A.P., and Pushkin, S.G. SU Patent 1243479, 1994.
5. Zatsepin, N.N., Gusev, A.P., and Pushkin, S.G. USSR Author Certificate 1408948, 1994.
6. Albom usovershenstvovannykh zhelezobetonykh konstruktsiy dlya kapitalnogo remonta zhilykh domov [An Album of Improved Reinforced-Concrete Constructions for Thorough Repair of Blocks of Flats]. Stroyizdat Publ., Leningrad, 1988, 302 p.
7. Kandaev, V.A., Kuznetsov, A.A., Ponomarev, A.V., and Buchelnikova, O.S. SU Patent 167680, 2016.
8. Garcia-Martin, J., Gomez-Gil, J., and Vazquez-Sanchez, E. Non-destructive techniques based on eddy current testing. Sensors, 2011, 11, 2525–2565. DOI: 10.3390/s110302525.





9. Butyrin, P.A., Dubitskii, S.D., and Korovkin, N.V. The use of computer modeling in teaching the electromagnetic field theory. *Elektrichestvo*, 2014, 10, 66–71. (In Russian).
10. Reutov, Yu.Ya. A peculiarity of the magnetization of a ferromagnet by an alternating field. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2020, 6, 35–47. DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.035-047. Available at: http://dream-journal.org/issues/content/article_313.html

Подана в журнал: 31.10.2023
УДК 620.179.14:620.179.147
DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.165-174

ПЕРСПЕКТИВЫ ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА АРМАТУРЫ ЖЕЛЕЗОБЕТОННЫХ КОНСТРУКЦИЙ

Ю. Я. Реутов^{а)}*, В. И. Пудов^{б)}

*Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620137, Россия*

а)  <https://orcid.org/0000-0002-7847-6004>  asija1@yandex.ru;
б)  <https://orcid.org/0000-0003-3143-7195>  pudov@imp.uran.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: asija1@yandex.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620108, Россия
Тел.: +7 (343) 378-36-74

Разработано электромагнитное устройство для экспресс-анализа ферромагнитной арматуры железобетонных конструкций. Устройство состоит из двух плоских рамочных намагничивающих катушек и приемника магнитного поля рассеяния от намагниченной арматуры. Выполнено численное моделирование предложенного устройства, позволяющее выбрать оптимальное соотношение его размеров и оценить его ожидаемые характеристики. Показана возможность получения сигнала, функционально связанного с изменением диаметра арматуры.

Ключевые слова: железобетон, арматура, рамочная катушка, намагничивание, численное моделирование, магнитная проницаемость, напряженность поля, индукция

1. Введение

Армирование железобетонных конструкций (ЖБК) ферромагнитной арматурой широко применяется при возведении строительных сооружений. При этом количество устанавливаемой арматуры регламентируется отношением общей длины сечения рабочей арматуры к сечению бетонной части конструкции. В зависимости от назначения конструкции коэффициент принимается равным от 0,5 до 2 % при использовании гибкой арматуры (т. е. проволочной, диаметром 0,4–0,9 мм) и более 3 % при жесткой арматуре периодического профиля (1,0 см и более). Однако при образовании на поверхности конструкций трещин или при их длительной эксплуатации неизбежно происходит уменьшение эффективного диаметра рабочей арматуры, обусловленное коррозионным процессом. Это приводит к снижению прочности ЖБК, а следовательно, и к уменьшению ее эксплуатационной надежности. Поэтому требуется периодически контролировать арматуру во избежание нежелательных последствий разрушения железобетонных конструкций [1–7]. Одним из способов такого контроля является электромагнитный неразрушающий контроль, широко применяемый в современной дефектоскопии.

Особенностью такого контроля является односторонний доступ к ЖБК. Устройство для контроля арматуры приходится локально перемещать по относительно плоской поверхности каркасно армированной конструкции и диагностировать рабочее состояние арматуры, залегающей на глубине 2–6 сантиметров и более от ее поверхности. При активном контроле металлическую арматуру необходимо намагничивать (или перемагничивать) зондирующим полем и измерять возникающее в арматуре магнитное поле рассеяния. Для этого применяют поисковую аппаратуру с накладным преобразователем (датчиком) [8, 9]. Такой преобразова-

тель локально намагничивает исследуемый объект полем, направленным к его поверхности, и фиксирует в качестве сигнала переизлученное магнитное поле арматуры ЖБК.



Рис. 1. Схема работы бетона и арматуры в разных участках железобетонной конструкции под нагрузкой: 1 – ферромагнитная арматура

В нашем случае исследуемая арматура представляет собой ферромагнитный цилиндрический стержень. Его локальная магнитная проницаемость в сечении диаметра всего лишь в два раза превышает проницаемость в условиях сформированного защитного слоя бетона и не подходит для достоверной оценки. Такую арматуру необходимо намагничивать вдоль ее длины. Для этого используют накладные преобразователи с магнитным подковообразным ярмом [10]. Однако расстояние между полюсами (башмаками) ярма такого преобразователя должно быть по крайней мере не меньше глубины расположения объекта контроля, в нашем случае – арматурного стержня. Использование в испытательном приборе столь громоздкого и тяжелого ферромагнитного ярма совершенно неприемлемо, поскольку поисковый преобразователь должен быть достаточно легким и компактным, позволяющим перемещать его вручную одним оператором на значительных высотах.

2. Основная часть

Один из вариантов решения такой задачи заключается в разработке и применении плоских прямоугольных рамочных катушек. Они отстоят друг от друга на расстоянии, соизмеримом с глубиной залегания арматуры. Их перемещают вручную вдоль поверхности объекта контроля. Благодаря встречному включению катушек обеспечивается перемагничивание арматуры вдоль ее длины. Вследствие конечности расстояния между полюсами намагничиваемого участка арматуры восприятие его поля рассеяния, ориентированного вдоль ее длины, не является проблемой. Такой преобразователь представлен на рис. 2.

Намагничивающие катушки 1 и 2 с расстоянием l между их центрами, а также приемник поля переизлучения 4 расположены в одной плоскости и могут поступательно перемещаться по поверхности контролируемого объекта вдоль арматуры 3 на расстоянии Z от него. При этом ось максимальной чувствительности приемника 4 ориентирована вдоль плоскости объекта контроля и вдоль линии, соединяющей намагничивающие катушки 1 и 2.

Намагничивающие катушки соединены последовательно, так чтобы создаваемые ими магнитные поля H_1 и H_2 были ориентированы поперек плоскости объекта контроля и имели противоположные направления. В таком случае в месте расположения контролируемой арматуры образуется магнитное поле H_m , ориентированное вдоль его длины. Под действием этого поля участок арматуры, ограниченный проекциями катушек 1 и 2, намагничивается вдоль ее длины, и вокруг него возникает вторичное магнитное поле H_s , несущее информацию об электромагнитных характеристиках материала арматуры 3. Это поле воспринимается приемником магнитного поля 4 и обрабатывается электронной схемой поискового устройства. Указанная конфигурация элементов устройства обеспечивает минимальное воздействие магнитного поля намагничивающих катушек на приемник 4, облегчая выделение полезного сигнала.

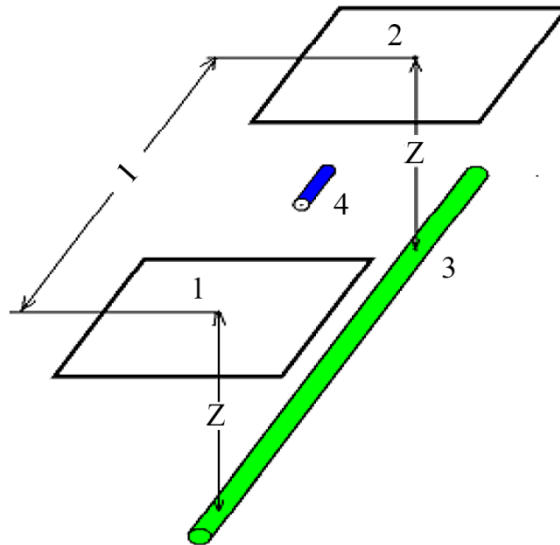


Рис. 2. Первая (1) и вторая (2) намагничивающие катушки; арматура (3); приемник поля переизлучения арматуры (4)

Рассмотрению перспектив применения данной модели устройства для экспресс-диагностики коррозионного состояния арматуры железобетонных конструкций и других металлических изделий (труб и т. д.) посвящена данная статья.

3. Численное моделирование устройства

Аналитическое рассмотрение процесса намагничивания объекта контроля в данной конфигурации контрольного устройства связано с определенными трудностями. В частности, со значительной неоднородностью магнитного поля, воздействующего на локальный участок контролируемого стержня со стороны намагничивающих катушек и сложностью расчета напряженности поля этого участка, воспринимаемого сенсором магнитного поля устройства. В данной работе выполнялось численное моделирование работы контрольного устройства в программном пакете ELCUT отечественной разработки [9, 10]. В пакете моделируются двумерные задачи – плоские или круговые осесимметричные. Здесь применено осесимметричное моделирование.

Объемное изображение компьютерной модели показано на рис. 3. На этом рисунке изображены намагничивающие катушки 1 и 2, соответствующие рис. 2. Они представлены парами круговых витков с токами одинаковой силы, текущими в указанных стрелками направлениях. Намагничивающие поля от этих витков действуют на размещенную на оси симметрии системы контролируемую арматуру 3 (согласно рис. 2) в указанных на рисунке направлениях. Поле рассеяния намагниченной таким способом арматуры вычисляется на цилиндрической поверхности, опирающейся на круговые витки с током.

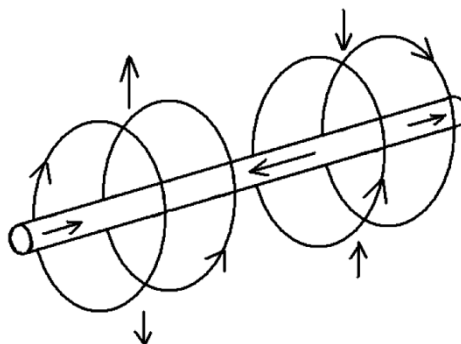


Рис. 3. Модель намагничивающей системы, принятая для численного моделирования

Радиусы круговых витков компьютерной модели были приняты равными 250 мм, а силы текущих по ним токов заданы равными одному амперу. Рассматривалась линейная задача, и поэтому силы токов заданы произвольно. С учетом принципа суперпозиции нетрудно пересчитать напряженность и индукцию полей, возникающих в модели, применительно к представленному на рис. 2 устройству, рассматривая ширину намагничивающих катушек 1 и 2 как часть окружности намагничивающего витка и считая их не совсем плоскими. Полями, создаваемыми частями катушек и ориентированными вдоль намагничиваемого стержня, можно пренебречь, поскольку они взаимно компенсируются.

4. Результаты численного моделирования

Прежде всего необходимо выяснить, как влияет расстояние l между серединами пар намагничивающих витков (база) на топографию магнитных полей в системе (рис. 4). Расстояние между витками в каждой паре было задано равным 150 мм. Диаметр арматуры соответствовал 20 мм, а относительная магнитная проницаемость его материала μ задавалась равной 100 или 1000.

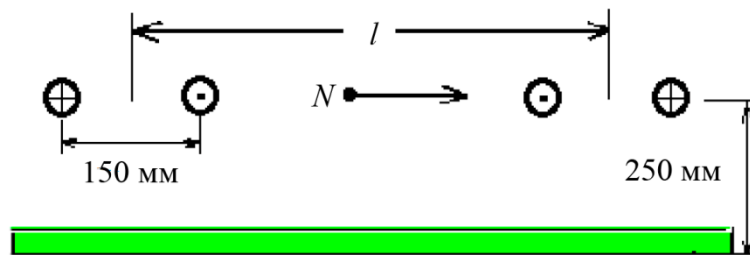


Рис. 4. Основные размеры устройства, принятые для моделирования

На рис. 5 представлен скан изображения, иллюстрирующего результат моделирования в пакете ELCUT. Зеленым цветом изображена контролируемая арматура. В точке N вычисляется ее поле рассеяния.

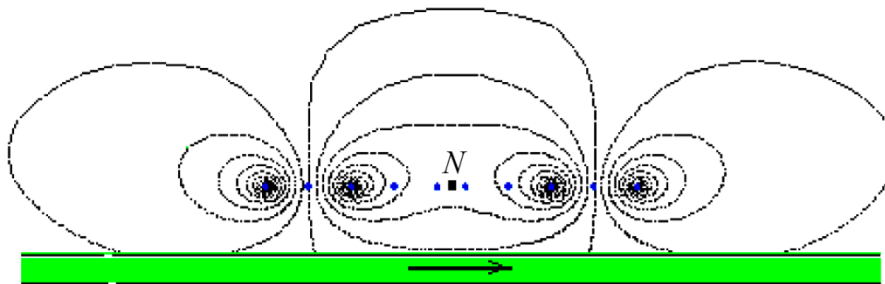


Рис. 5. Скан результатов численного моделирования

На рис. 6 представлены вычисленные моделированием зависимости напряженности намагничивающего образец поля H_m от продольной координаты Z , отсчитываемой от центра симметрии системы при разных задаваемых значениях базы l , то есть от расстояния между центрами пар намагничивающих витков. На этом рисунке, а также на последующих рис. 7, 8 и 9 красные линии соответствуют значению $l = 200$ мм, синие – $l = 350$ мм, зеленые – $l = 500$ мм. Как видим, после значения $l = 350$ мм амплитуда зависимости намагничивающего поля от абсолютного значения координаты Z прекращает нарастать, а сама кривая зависимости упрощается и расширяется вдоль длины арматуры. Расстояния между точками перехода намагничивающего поля через ноль составляют 314, 405 и 517 мм при l , равных 200, 350 и

500 мм соответственно. Вместе с тем видно, что при изменении базы l в 2,5 раза максимум напряженности намагничивающего арматуру поля изменился всего на 13 %.

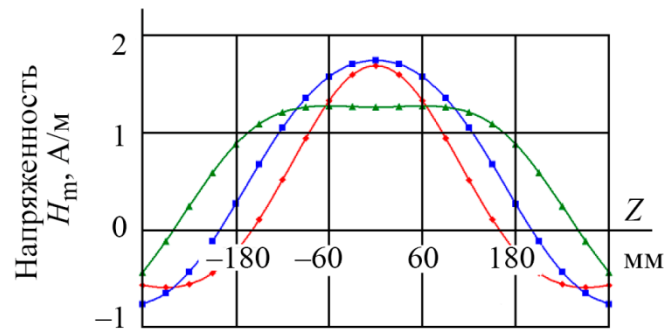


Рис. 6. Напряженность поля, намагничивающего арматуру, в зависимости от расстояния от центра системы

На рис. 7 и 8 представлены аналогичные зависимости индукции в намагничиваемой арматуре от продольной координаты Z при разных значениях базы l .

Рис. 6 соответствует относительной магнитной проницаемости материала арматуры $\mu = 100$, а рис. 7 – $\mu = 1000$. Диаметр прута $D = 20$ мм.

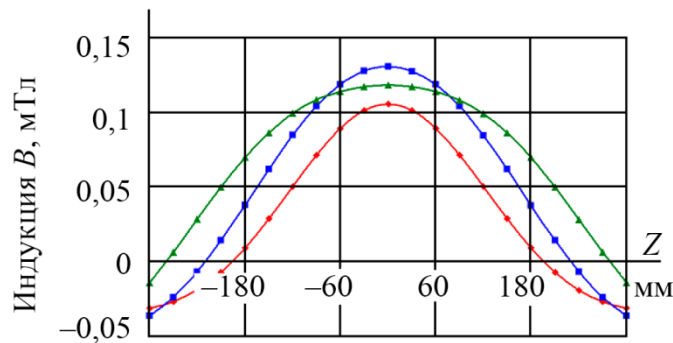


Рис. 7. Распределение индукции по длине ферромагнитной арматуры при проницаемости материала, равной 100

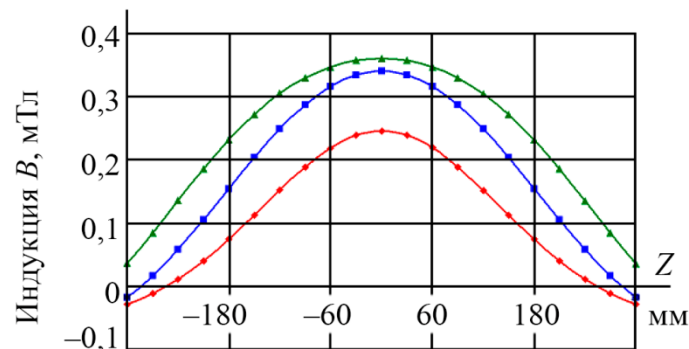


Рис. 8. Распределение индукции по длине ферромагнитной арматуры при проницаемости материала, равной 1000

Как и для случая намагничивающего поля, максимумы индукции в арматуре изменились не более чем в полтора раза, то есть выбор величины базы не очень критичен.

Из рисунков видно, что расстояния между точками перехода индукции через ноль заметно превышают расстояния между точками смены полярности намагничивающего поля при всех трех значениях базы l , а максимумы кривых выросли немногим больше чем в два

раза при росте проницаемости на порядок. Очевидно, здесь сказывается влияние размагничивающего действия локальных магнитных полюсов в арматуре.

На рис. 9 представлены результаты моделирования поля рассеяния ферромагнитной арматуры H_s в точке N , обусловленного действием вдоль него продольной компоненты поля H_m пар намагничивающих витков по рис. 3, при разных значениях базы l . Диаметр арматуры равнялся 20 мм, а относительная магнитная проницаемость ее материала была задана равной 100 или 1000. Красным цветом на рисунке изображены результаты моделирования, соответствующие l , равной 200 мм, синим – 350 мм и зеленым – 500 мм. Видно, что с ростом проницаемости материала арматуры сигнал от него растет, хотя и непропорционально, а начиная с базы в 350 мм практически не зависит от нее. Получается, что увеличивать базу l (а значит, габариты устройства до значений более 500 мм) в данном случае нецелесообразно. Вполне можно ограничиться базой в 350 мм.

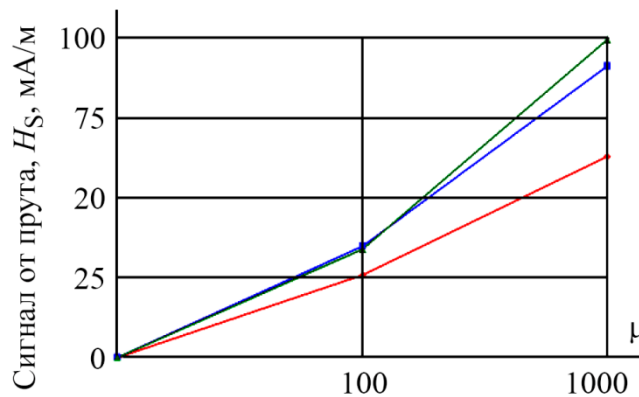


Рис. 9. Поле рассеяния ферромагнитной арматуры в точке N при диаметре прута 20 мм

На рис. 10 приведены полученные моделированием графики зависимости поля рассеяния арматуры H_s от ее диаметра D . База l моделируемого устройства равнялась 500 мм. Коричневая кривая соответствует стержню с проницаемостью μ материала, равной 100, а лиловая – 1000.

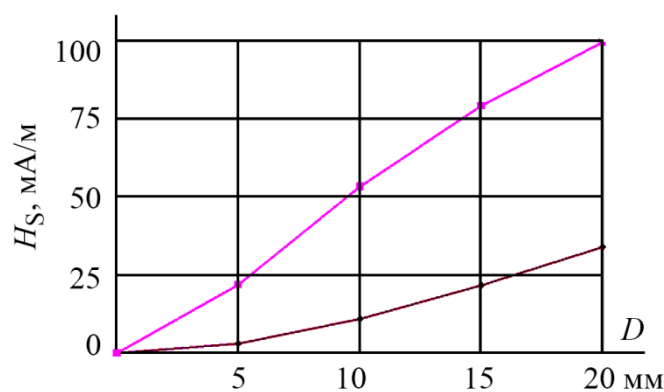


Рис. 10. Сигнал от арматуры в точке N в зависимости от его диаметра D

Видно, что сигнал H_s от ферромагнитного образца монотонно нарастает с ростом его диаметра D , но в значительной степени зависит и от проницаемости его материала μ .

Можно заметить, что при малых значениях проницаемости материала арматуры градуировочная кривая близка к параболической, в то время как при больших значениях μ она близка к линейной. Такое различие можно объяснить изменением соотношения между про-

нищаемостью материала арматуры и проницаемостью, зависящей от формы намагничиваемого участка при изменении диаметра.

Не подлежит сомнению, что сигнал H_s зависит и от расстояния Z , то есть от глубины размещения ферромагнитной арматуры под поверхностью проверяемой конструкции.

Таким образом, мы убедились в принципиальной возможности контролировать изменение длины и диаметра арматуры рассматриваемым электромагнитным устройством.

5. Заключение

Предложена модель поискового электромагнитного устройства для контроля коррозионного изменения диаметров арматуры в железобетонных конструкциях магнитным способом при одностороннем доступе. Выполнено численное моделирование предложенного устройства в магнитостатическом варианте. В результате модельного исследования определены эффективные параметры, позволяющие оценить технические возможности для практической реализации устройства. Достоинствами предложенного устройства являются его малая масса, малое энергопотребление и простота использования. Моделирование показало принципиальную возможность реализации предложенной конфигурации устройства для контроля изменения диаметров арматуры. Можно предположить, что использование для намагничивания арматуры не постоянного, а переменного поля определенной частоты или нескольких частот одновременно повышает технические возможности данного устройства.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Диагностика», № 122021000030-1).

Литература

1. Гулунов А. В. Методы и средства НК бетона и железобетонных изделий // В мире неразрушающего контроля. – 2002. – № 2 (16). – С. 24–25.
2. Pudov V. I. Electromagnetic devices for assessment of the state of reinforcement element in reinforced-concrete structures // Russian Journal of Nondestructive Testing. – 2006. – Vol. 42. – P. 369–377. – DOI: 10.1134/S1061830906060039.
3. Определение диаметра и толщины арматуры железобетонных изделий с пространственной структурой / А. А. Литвиненко, Ю. Я. Реутов, В. В. Дякин, М. Л. Дударев // Дефектоскопия. – 1995. – № 9. – С. 63–70.
4. Зацепин Н. Н., Гусев А. П., Пушкин С. Г. Способ измерения толщины защитного слоя бетона и диаметра арматуры строительных конструкций и устройство для его осуществления: а.с. 1243479 СССР. – 1994. – Бюл. № 23.
5. Зацепин Н. Н., Гусев А. П., Пушкин С. Г. Способ измерения толщины защитного слоя бетона и диаметра арматуры строительных конструкций и устройство для его осуществления : а.с. 1408948 СССР. – 1994. – Бюл. № 22.
6. Альбом усовершенствованных железобетонных конструкций для капитального ремонта жилых домов. ЛНИИ АКХ. – Л. : Стройиздат, 1988. – 302 с.
7. Кандаев В. А., Кузнецов А. А., Пономарев А. В., Бучельникова О. С. Устройство для определения количественного состава продуктов коррозии арматуры на труднодоступных поверхностях железобетонных изделий : пат. 167680 РФ. – 2016. – Бюл. № 1.
8. Garcia-Martin J., Gomez-Gil J., Vazquez-Sanchez E. Non-destructive techniques based on eddy current testing // Sensors. – 2011. – Vol. 11. – P. 2525–2565. – DOI: 10.3390/s110302525.
9. Бутырин П. А., Дубицкий С. Д., Коровкин Н. В. Использование компьютерного моделирования в преподавании теории электромагнитного поля // Электричество. – 2014. – № 10. – С. 66–71.

10. Reutov Yu. Ya. A peculiarity of the magnetization of a ferromagnet by an alternating field // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2020. – Iss. 6. – P. 35–47 – DOI: 10.17804/2410-9908.2020.6.035-047. – URL: http://dream-journal.org/issues/content/article_313.html

Received: 20.10.2023

Revised: 25.12.2023

Accepted: 29.12.2023



DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.175-188



COMPARING THE RESULTS OF TESTING A LONGITUDINAL TUBE WELD BY NONDESTRUCTIVE METHODS


A. S. Shleenkov^{1, a)}, D. V. Novgorodov^{1, b), *}, and Yu. B. Sobakinsky^{2, c)}

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

²*Vyksa Metallurgical Plant JSC, Branch in Almetyevsk,
35 Industrialnaya St., Almetyevsk, the Republic of Tatarstan, 423450, Russia*

a)  <https://orcid.org/0000-0002-6135-1504>  shleenkov@imp.uran.ru;

b)  <https://orcid.org/0000-0002-5151-8710>  novgorodov@imp.uran.ru;

c)  onmk@mail.ru

*Corresponding author. Email: novgorodov@imp.uran.ru

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

Defects of longitudinal tube welds identified by X-ray inspection are studied in order to determine possible causes of their occurrence and to assess the reliability of nondestructive testing results. Metallographic analysis shows that the base metal and weld metal meet the requirements of regulatory documents. The strength properties and the chemical composition conform to the standards. The contamination with non-metallic inclusions in the segregation streamers of the sheet extending to the edge and falling into the fusion zone was detected in X-ray photographs and incorrectly interpreted as a defect. This assumption is based on the correlation of X-ray patterns with the position of the grooves in the zones of the studied welded joints, but it ignores the results of studying by other nondestructive testing methods, and most importantly, it is not confirmed by metallographic studies. Neither were these defects found in the tubes during magnetic flaw detection by means of a UMD-101M device in the line of production of longitudinally electric-welded tubes. Erroneous defect identification during X-ray inspection happens in tube making. The results of the study show the expediency of the integrated application of different testing methods for a reliable assessment of the quality of tubes or pipes of both small and large diameters.

Keywords: weld, defect, testing methods, structure, metallography, chemical analysis

Acknowledgment

The work was carried out under the state assignment from the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (theme Diagnostics, No. 122021000030-1).

References

1. GOST 1050–2013. (In Russian).
2. GOST 10705–80. (In Russian).
3. Shleenkov, A.S., Bulychev, O.A., Shleenkov, S.A., and Novgorodov, D.V. The UMD–101MK flaw detection equipment for automated magnetic inspection of electrically welded small and medium pipes over the entire wall thickness and perimeter. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2019, 6, 87–101. DOI: 10.17804/2410-9908.2019.6.087-101. Available at: http://dream-journal.org/issues/2019-6/2019-6_267.html
4. Shleenkov, A.S., Bychkov, V.G., Bulychev, O.A., Lyadova, N.M., and Shcherbinin, V.E. Estimating the possibility of the magnetic detection of microflaws in weld seams of longitudi-

- nal electric-welded pipes manufactured by butt high-frequency welding. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2010, 46, 92–97. DOI: 10.1134/S1061830910020038.
5. Shleenkov, A.S., Bulychev, O.A., and Shleenkov, S.A. The UMD–101M plant for automated bulk magnetic nondestructive testing of quality of electric-welded pipes. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2008, 44, 574–578. DOI: 10.1134/S106183090808010X.
 6. Kruglova, G.V., Knyazyuk, L.V., and Kortov, V.S. Determination of faulty-fusion dimensions in a cross section of a welded seam by radiographic testing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2005, 41, 251–255. DOI: 10.1007/s11181-005-0158-x.
 7. Kruglova, E.V. and Knyazyuk, L.V. Determination of welded joint flaw dimensions on the basis of scanned X-ray images. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2004, 40, 57–60. DOI: 10.1023/B:RUNT.0000036430.21233.f3.
 8. DOI: 10.1023/B:RUNT.0000036430.21233.f3.
 9. Tarasov, S.Yu., Rubtsov, V.E., Kolubaev, E.A., Gnyusov, S.F., and Kudinov, Yu.A. Radioscopy of remnant joint line in a friction stir welded seam. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2015, 51, 573–579. DOI: 10.1134/S1061830915090090.
 10. Kudoyarov, R.U., Bagin, A.S., and Mogilner, L.Yu. Increasing the detection of defects in welds of large-diameter pipes in the conditions of manufacturing plants. *Nauka i Tekhnologii Truboprovodnogo Transporta Nefti i Nefteproduktov*, 2016, 4, 78–83. (In Russian).
 11. GOST 5640–68. (In Russian).
 12. GOST 8233–56. (In Russian).
 13. GOST 5639–82. (In Russian).
 14. GOST 1778–70. (In Russian).
 15. Mokrousov, V.I. Influence of a defect in the external chamfer of a longitudinal weld on the strength of a steel pipe. *Sovremennye Tendentsii Razvitiya Nauki i Tekhnologii*, 2016, 2–3, 67–74. (In Russian).
 16. Vyboishchik, L., Sopin, N., Kolosovsky, M., Ermolchik, E., and Abuzdin, A. The influence of post-welding treatment on the mechanical and corrosion properties of VChS welded joints. *Tekhnadzor*, 2015, 12 (109), 594–595. (In Russian).
 17. Zakharova, I.V., Royanov, V.A., and Dushenin, S.S. Analysis of the influence of non-metallic inclusions and microstructure on the quality of welded joints of pipe steel. *Nauka ta Virobnitstvo*, 2018, 19, 88–97. (In Russian).
 18. Khudyakov, M.A., Muftakhov, M.Kh., Berdin, V.K., Zakirnichnaya, M.M. The influence of a segregation streamer on stress distribution in a pipe wall. *Neftegazovoe Delo*, 2006, 2, 68. (In Russian). Available at: http://ogbus.ru/files/ogbus/authors/Hudyakov/Hudyakov_1.pdf
 19. Makarenko, V.D., Vinnikov, Yu.L., Nogina, A.M., and Petrenko, O.O. Research of the microstructure of the welding doped molybdenum on steel 20K. *Problemy Tertya ta Zashuvannya*, 2020, 1 (86), 98–107. (In Ukrainian). DOI: 10.18372/0370-2197.1(86).14496.
 20. Fedoseeva, E.M. Influence of structure and nonmetallic inclusions on properties of welded seams from Kh65 steel. *Vestnik PNIPU*, 2015, 17 (4), 76–87. (In Russian). DOI: 10.15593/2224-9877/2015.4.06.
 21. Polevoy, E.V., Kozyrev, N.A., Shevchenko, R.A., and Usoltsev, A.A. Study of non-metallic inclusions composition in rail joints welded seams, obtained at their contact arc welding. *Chernaya Metallurgiya*, 2020, 76 (3), 251–256. (In Russian). DOI: 10.32339/0135-5910-2020-3-251-256.



Подана в журнал: 20.10.2023
УДК 620.184:620.179.18
DOI: 10.17804/2410-9908.2023.6.175-188



СОПОСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ КОНТРОЛЯ ПРОДОЛЬНОГО СВАРНОГО ШВА ТРУБЫ НЕРАЗРУШАЮЩИМИ МЕТОДАМИ


А. С. Шлеенков^{1, а)}, Д. В. Новгородов^{1, б), *}, Ю. Б. Собакинский^{2, в)}

¹Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт физики металлов им. М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,
ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620137, Россия

²Филиал акционерного общества «Выксунский металлургический завод» в г. Альметьевск,
ул. Индустриальная, 35, г. Альметьевск, Республика Татарстан, 423450, Россия

а)  <https://orcid.org/0000-0002-6135-1504>  shleenkov@imp.uran.ru;

б)  <https://orcid.org/0000-0002-5151-8710>  novgorodov@imp.uran.ru;

в)  onmk@mail.ru

*Ответственный автор. Электронная почта: novgorodov@imp.uran.ru
Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108, Россия

Исследование выявленных при рентгеновском контроле дефектов продольного сварного шва труб было выполнено с целью определения возможных причин их возникновения, а также оценки достоверности результатов неразрушающего контроля. Металлографический анализ показал соответствие основного металла и сварного шва требованиям нормативных документов. Прочностные свойства и химический состав соответствуют стандартам. Загрязненность неметаллическими включениями в ликвационных полосах листа, выходящих на кромку и попадающих в зону сплавления, была выявлена на рентгенограммах и некорректно интерпретирована как дефект. Данное предположение основано на корреляции картин рентгеновских снимков с положением канавок в зонах исследованных сварных соединений, но оно не учитывает результаты исследований другими методами неразрушающего контроля, а самое главное – не подтверждается металлографическими исследованиями. Также указанные дефекты не были обнаружены при магнитной дефектоскопии данных труб с помощью установки УМД-101М в технологической линии производства прямошовных электросварных труб. Ошибочная идентификация дефектов при рентгеновском контроле возникает при производстве труб. Результаты работы показывают целесообразность комплексного применения различных методов контроля для достоверной оценки качества труб как малого, так и большого диаметров.

Ключевые слова: сварной шов, дефект, методы контроля, структура, металлография, химический анализ

1. Введение

Проблема качественного и достоверного неразрушающего контроля (НК) продольных швов электросварных труб является острой и актуальной. Новизна проделанной работы состоит в том, что в статье приведены новые данные, представляющие научный интерес, поскольку отражают недостатки применения только одного вида НК. Работа имеет научную и практическую значимость с точки зрения доказательства необходимости перепроверки достоверности результатов НК продольных сварных швов, полученных рентгенографическим методом, другими высокоэффективными методами контроля, например магнитной дефектоскопией.

Работа имела целью:

- произвести визуально-измерительный контроль (ВИК), металлографическое исследование сварного шва и основного металла, химический анализ и определить размеры обнаруженных дефектов на образцах труб рентгенографическим методом;
- подтвердить достоверность результатов применения неразрушающего магнитного контроля (МК) и доказать его эффективность;
- показать целесообразность применения различных методов контроля.

2. Объекты анализа и методы исследования

Объектом исследования являлись образцы (темплеты длиной 200 мм) прямошовных электросварных (ВЧС) труб $\varnothing 159 \times 6,0$ из стали марки 20 ГОСТ 1050-2013 [1], изготовленные по ГОСТ 10705-80 [2], в которых при рентгенографическом контроле предположительно были обнаружены непровары и трещины в сварном шве, при этом сварные соединения выдержали механические испытания на прочность. Кроме этого, указанные дефекты не были обнаружены при магнитной дефектоскопии данных труб с помощью установки магнитной дефектоскопии УМД-101М в технологической линии производства прямошовных электросварных труб [3–5].

Общий вид образцов труб, переданных для металлографических исследований, показан на рис. 1. Это два темплета из труб длиной 200 мм (образцы 1.2 и 2.2) и образец с макрошлифом, вырезанный из темплета 1.5. Рентгеновский контроль (РК) – самый распространенный метод контроля сварного соединения. Верная интерпретация полученных результатов необходима для оценки размеров и принятия решения об отбраковке [6, 7]. В работах [8, 9] отмечено, что ложная идентификация приводит к перебраковке. Дефектные места в сварном соединении, определенные по данным расшифровки рентгенограмм для темплета 1.2, демонстрирует схема (рис. 2). На темплете 2.2 проекции двух дефектных зон отмечены белым маркером непосредственно на внешней поверхности сварного шва (рис. 1 в). На рис. 1 г представлен общий вид образца с макрошлифом, подготовленным из темплета 1.5, демонстрирующим дефекты в виде пор и трещины в основном металле.

Места вырезки образцов из дефектных зон темплетов 1.2 и 2.2 для проведения металлографического исследования, а также химического анализа основного металла труб показаны на рис. 1 а, в. Рисунок 3 демонстрирует общий вид образцов, подготовленных для исследований. Образцам присвоены следующие номера:

- образец № 1 размером 20×30 мм вырезан из краевой зоны основного металла темплета 1.2 для проведения химического анализа;
- образец № 2 размером 20×35 мм вырезан из краевой зоны основного металла темплета 2.2 для проведения химического анализа;
- образец № 1.2-1 размером 20×40 мм вырезан из дефектной зоны темплета 1.2 на расстоянии 38 мм от торца темплета;
- образец № 1.2-2 размером 25×45 мм вырезан из дефектной зоны темплета 1.2 на расстоянии 100 мм от торца темплета.

Объем проведенных лабораторных исследований включал:

- визуально-измерительный контроль внешнего состояния образцов представленных труб с установлением корреляции положения дефектных зон с данными рентгеновских снимков;
- определение химического состава материала труб (образцы № 1 и 2) методом спектрального анализа с использованием эмиссионного спектрометра «Аргон-5СФ»;
- металлографические макро- и микроструктурные исследования дефектных зон сварных соединений и основного металла труб. Исследования проводились по шлифам, подготовленным в плоскости поперечных сечений дефектных зон сварных швов на образцах № 1.2-1, 1.2-2, 2.2-1, 2.2-2 и 1.5 с использованием стереоскопического микроскопа «Цитоваль» и

металлографических микроскопов Neophot 21 и Neophot 32 (Carl Zeiss Jena, Германия, увеличение до 1000 крат).

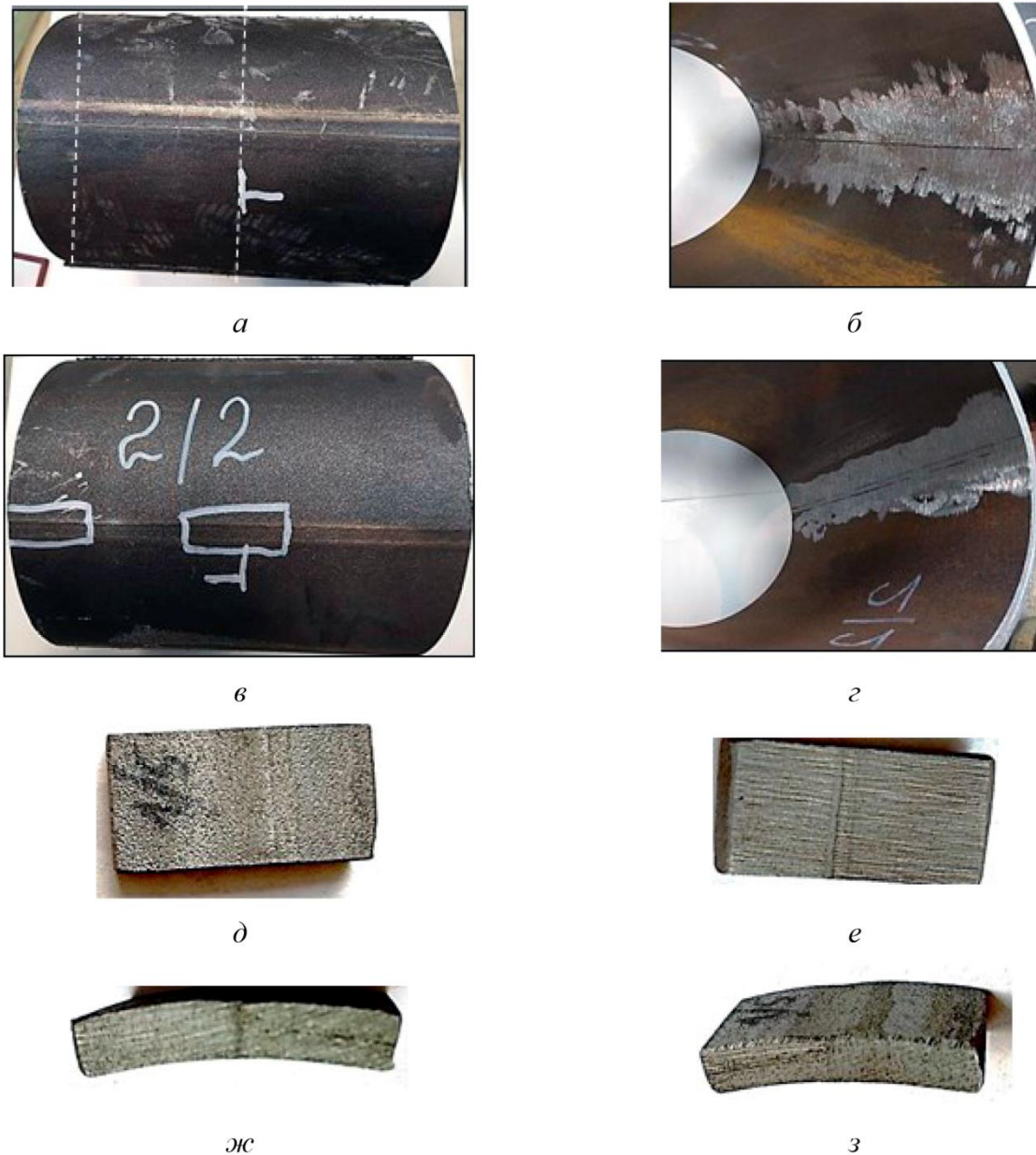


Рис. 1. Общий вид образцов труб, представленных для исследований:
a – внешняя поверхность зоны сварного соединения темплета из трубы 1.2 (белыми пунктирными линиями показаны сечения выборки образцов для металлографического исследования); *б* – внутренняя поверхность зоны сварного соединения темплета из трубы 1.2; *в* – внешняя поверхность зоны сварного соединения темплета из трубы 2.2 (белыми линиями показаны места выборки образцов для металлографического исследования); *г* – внутренняя поверхность зоны сварного соединения темплета трубы 2.2;
д, е, ж, з – общий вид вырезанных образцов темплета 1.5

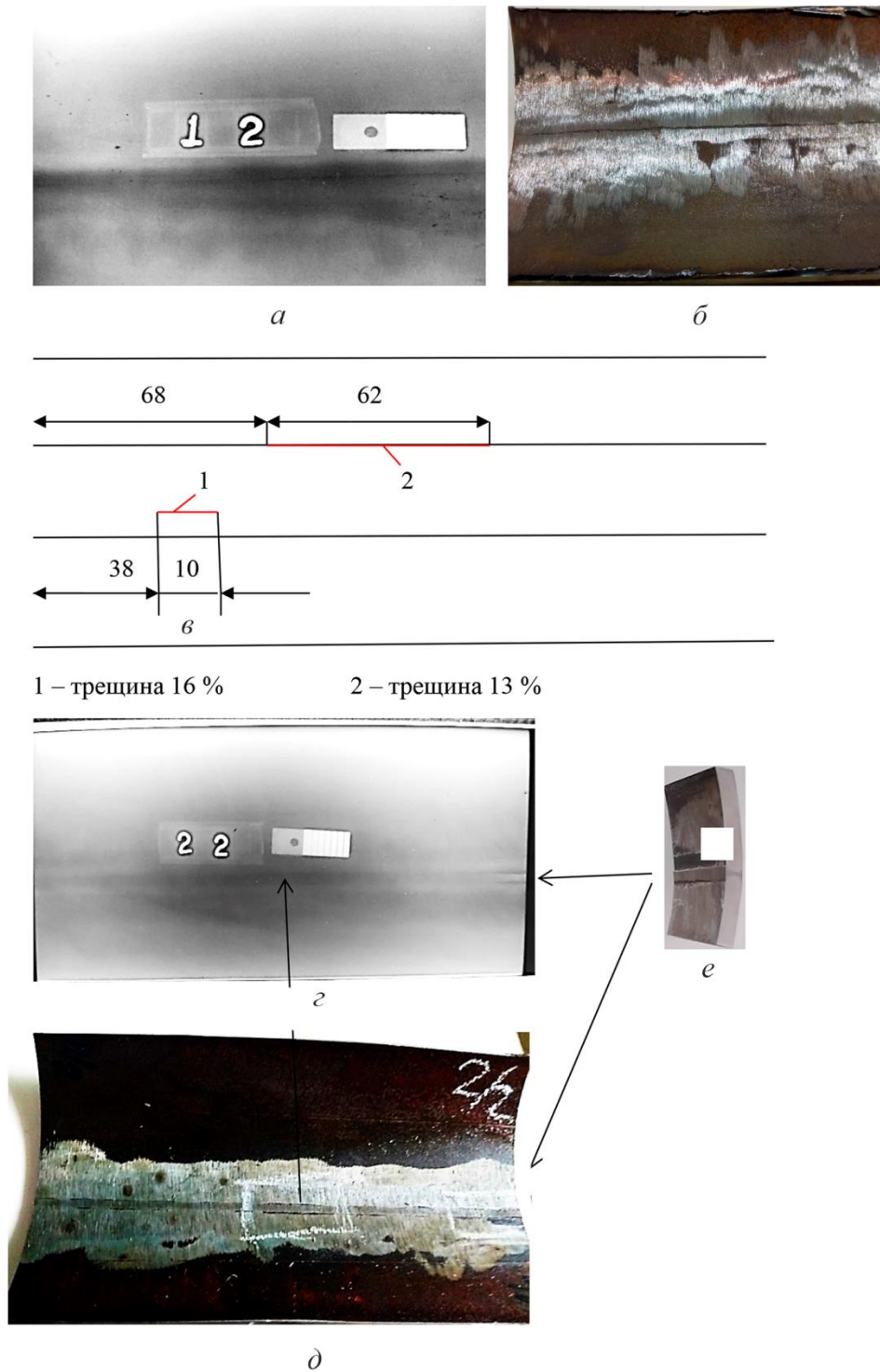


Рис. 2. Корреляция рентгеновских снимков с околошовными дефектами на внутренней поверхности сварных соединений образцов труб: *а* – рентгеновский снимок зоны сварного соединения темплета из трубы 1.2; *б* – канавка на внутренней поверхности вдоль границы сварного соединения темплета трубы 1.2, коррелирующая с темной полосой на рентгенограмме; *в* – схема расположения трещины на внутренней поверхности сварного соединения темплета трубы 1.2; *г* – рентгеновский снимок зоны сварного соединения темплета из трубы 2.2; *д*, *е* – канавки на внутренней поверхности трубы вдоль границы сварного соединения темплета из трубы 2.2, коррелирующие с темными полосами на рентгенограмме



a



б

Рис. 3. Общий вид образцов, подготовленных для исследований:
a – образцы темплета 1.2: № 1.2-1 и 1.2-2; *б* – образцы темплета 2.2: № 2.2-1 и 2.2-2

Подготовка шлифов включала механическую шлифовку и полировку. Для выявления металлографической структуры использован 4 %-й раствор азотной кислоты в этиловом спирте.

Феррито-перлитная структура оценивалась в соответствии с ГОСТ 5640-68 [10] и ГОСТ 8233-56 [11], размер ферритных зерен определялся в соответствии с ГОСТ 5639-82 [12].

Оценка загрязненности металла неметаллическими включениями проводилась на не-травленных шлифах образцов по ГОСТ 1778-70 [13] (метод Ш) при увеличении $\times 100$. Допол-

нительно проведен спектральный микроанализ состава включений образца № 1.5 на растровом электронном микроскопе Quanta 200 с энергодисперсионным спектрометром EDAX для элементного анализа.

3. Результаты исследования

3.1 *Визуально-измерительный контроль внешней и внутренней поверхностей исследуемых образцов труб*

Визуально-измерительный контроль на внешней и внутренней поверхностях исследуемых образцов труб проводился с целью выявления дефектных зон, коррелирующих с картиной рентгеновских снимков. Общий вид исследуемых образцов представлен на рис. 1. Копии рентгеновских снимков с исследуемых образцов труб продемонстрированы на рис. 2.

При визуальном обследовании и обследовании с помощью стереоскопического микроскопа «Цитоваль» (увеличение до $\times 100$) внешней поверхности зон сварных соединений на темплетях 1.2 и 2.2 каких либо дефектов (трещин, непроваров, раковин), уменьшающих толщину стенки трубы за пределы допуска (более 10 %), не выявлено. На внутренней поверхности по всей длине темплетов в зоне сварных соединений имеются следы механической зачистки поверхности (после проведенной рентгеноскопии внутреннего грата), ориентированные перпендикулярно сварному шву. При этом вдоль границ снятого грата видны протяженные канавки, глубина которых переменна. В работах [14, 15] указано, что подобные дефекты могут влиять на несущую способность трубы. В сечениях образцов, подготовленных для металлографических исследований, глубина канавок не превышает 300 мкм, что находится в пределах допуска (10 %), установленного ГОСТ 10705-80 [2], толщина стенок исследуемых труб составляет 6 мм. На темплете 1.2 канавка располагается с одной стороны сварного шва практически вдоль всей длины темплета, ее длина составляет 190 мм. На темплете 2.2 с двух сторон шва наблюдаются прерывистые канавки разной длины и ширины. Положение внешних границ сварного шва в полосах остаточного грата выявлялось путем травления поперечных срезов образцов.

Обследование поверхностей представленного темплета из трубы 1.5 с зоной сварного соединения, подвернутого грубой зачистке торцевых поверхностей с последующим полным погружением в реактив для макротравления (10-процентный водный раствор азотной кислоты), позволяет сделать выводы относительно отсутствия недопустимых дефектов в сварном шве представленного образца, аналогичные результатам обследований темплетов 1.2 и 2.2. На внутренней поверхности наблюдается канавка по границе снятого внутреннего грата. В основном металле образца, в центральной части сечения, наблюдается полоса строчечной сегрегации неметаллических включений ликвационной полосы, унаследованной от слитка, использованного для прокатки листов. Таким образом, результаты лабораторного визуального контроля подтверждают результаты МК и опровергают результат РК.

3.2. *Определение элементного (химического) состава материала исследуемых образцов труб*

Результаты определения химического состава материала труб, проведенного на образцах № 1 (темплет 1.2) и 2 (темплет 2.2) методом спектрального анализа на эмиссионном спектрометре «Аргон-5СФ», показали, что материал исследуемых образцов труб соответствует стали марки 20 по ГОСТ 1050-2013 [1]. В таблице представлено сравнение полученных данных с ГОСТ 1050-2013 [1].

Таблица

Химический анализ основного металла

Образец	Химические элементы, %										
	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Cu	As	Al	Fe
№ 1	0,198	0,22	0,48	0,004	0,005	0,026	0,038	0,044	0,003	0,045	Осн.
№ 2	0,174	0,22	0,49	0,005	0,004	0,030	0,033	0,042	0,001	0,041	Осн.
Сталь 20, ГОСТ 1050-88	0,17– 0,24	0,17– 0,37	0,00– 0,30	0,00– 0,04	0,00– 0,03	≤0,25	≤0,03	≤0,03	≤0,08	–	Осн.

3.3. Металлографический анализ структурного состояния сварных соединений и основного металла образцов исследуемых труб

С помощью стереоскопического микроскопа «Цитоваль» при увеличении до 100 крат на поперечных шлифах темплетов 1.2 и 2.2 и образца 1.5 было проведено исследование структуры основного металла и зоны сварного соединения на предмет наличия внутренних трещин, непроваров, раковин и других недопустимых дефектов. В результате анализа структур недопустимые дефекты в исследованных объектах не обнаружены.

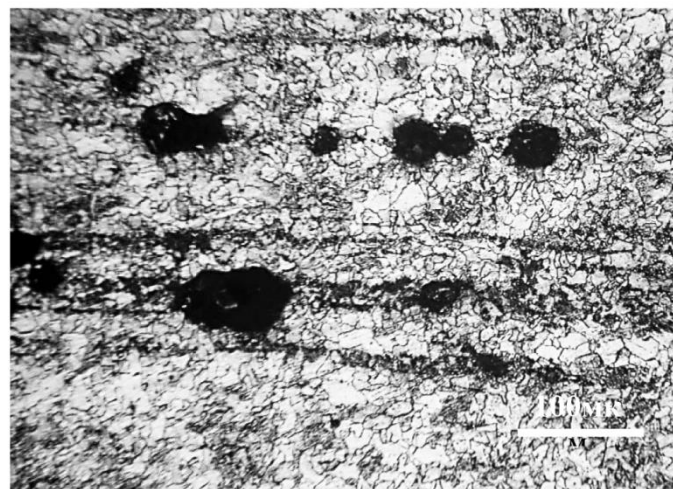
Микроструктурное состояние основного металла и сварных соединений исследуемых труб показано на рисунках 4 и 5.

Наблюдаемая феррито-перлитная структура горячекатаной стали 20 в сечениях исследуемых образцов неоднородна как по содержанию и размерам перлитных колоний (от 1 до 6 баллов по ГОСТ 8233-56) [11], так и по состоянию ферритной фазы; направленности ферритных зерен практически нет; в отдельных зонах наблюдается видманштеттова структура. В зоне сварного шва – феррит в равновесном (нормализованном) состоянии с размером зерен 8–10 баллов по ГОСТ 5639-82 [12]. Перлит зернистый, в виде крупных колоний, вытянутых вдоль границ стыкуемых кромок труб. Структура металла околошовной зоны одной из кромок шва темплетов 1.2 и 1.5 сорбитообразная. Структурные исследования подтверждают результаты, полученные при МК и ВИК. Таким образом, структурные исследования опровергают данные РК. Ложная идентификация дефекта при РК указывает на необходимость комплексного применения различных методов дефектоскопии на производстве и при строительных работах.

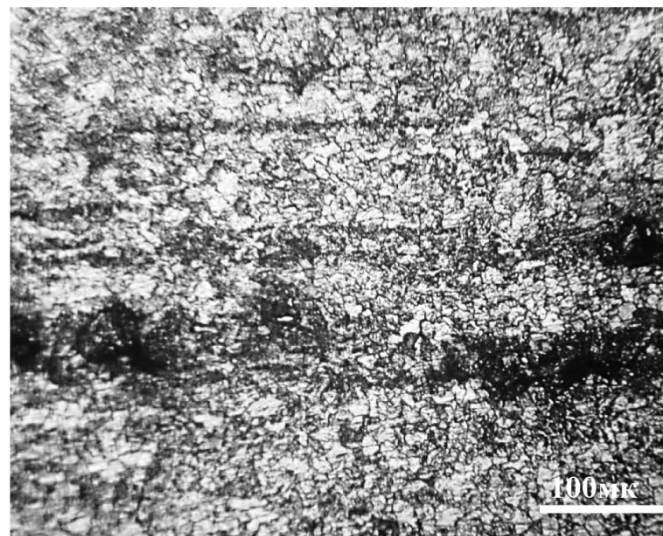
Неоднородность фазового состава металла образцов характеризуется ликвационными полосами, обогащенными сегрегациями мелких и крупных простых и сложных неметаллических оксидных включений (корунда, шпинелей), вытянутых вдоль направления прокатки и частично входящих в металл зоны сплавления, что, несомненно, влияет на качество сварного соединения [16–20]. В отдельных зонах металла труб наблюдаются глобулы силикатных включений. На рис. 6 укрупненно показаны неметаллические включения, наблюдаемые в ликвационной полосе образца 1.5.



a



б



в

Рис. 4. Микроструктура основного металла (сталь 20) исследуемых образцов труб:
a – нетравленный шлиф, загрязненность оксидными включениями; *б* – неоднородная горячекатанная феррито-перлитная структура, ликвационные полосы с сегрегациями мелких и крупных неметаллических оксидных включений (*a, б* – темплет 1.2); *в* – темплет 2.2

Структура стали темплетов 1.2 и 2.2. аналогична.

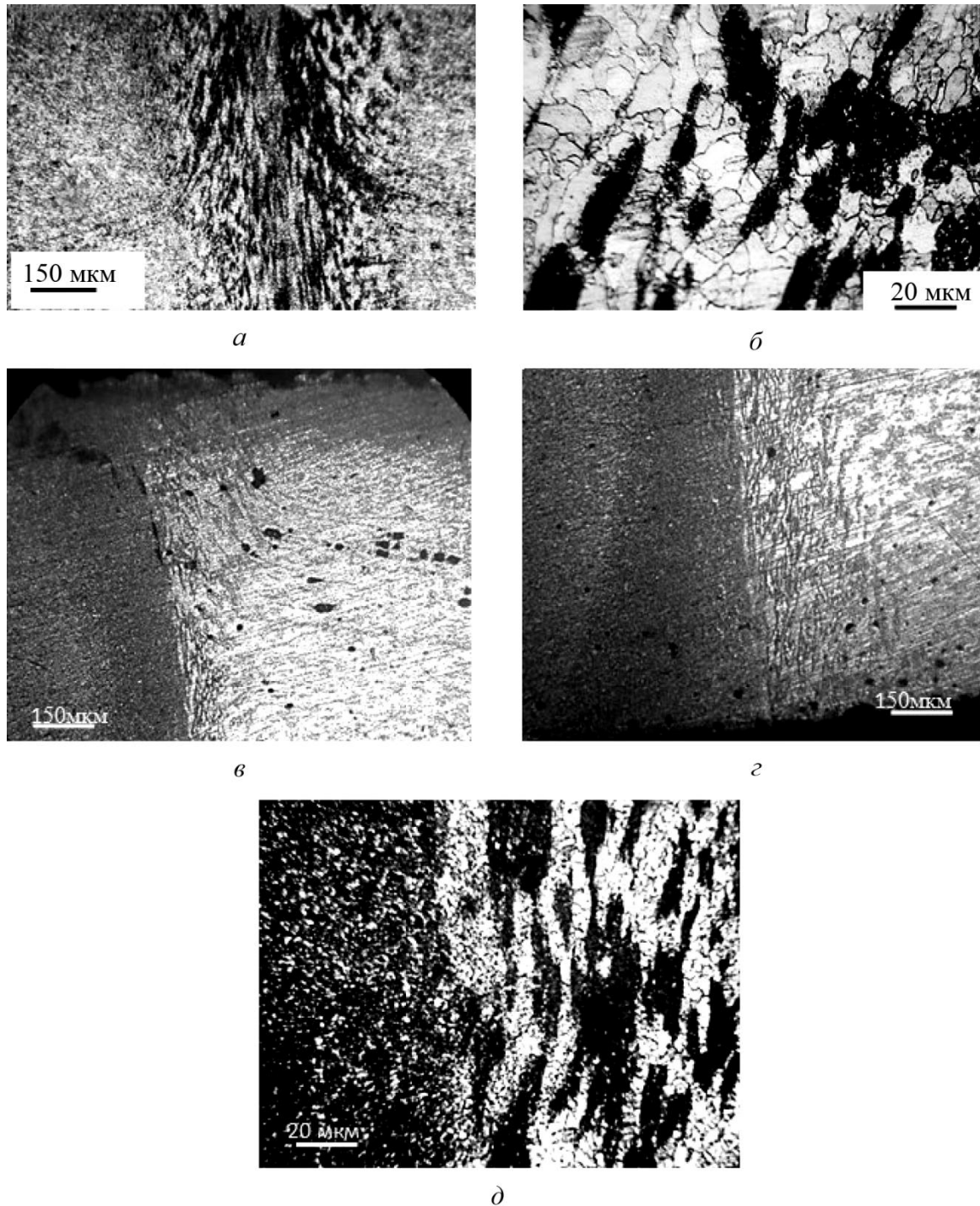


Рис. 5. Микроструктура сварных соединений исследуемых образцов труб:
а, б – феррито-перлитная структура стали 20 в сварном шве на темплете 2.2;
в, г – сварной шов на темплете 1.5; д – зона сплавления на темплете 1.2

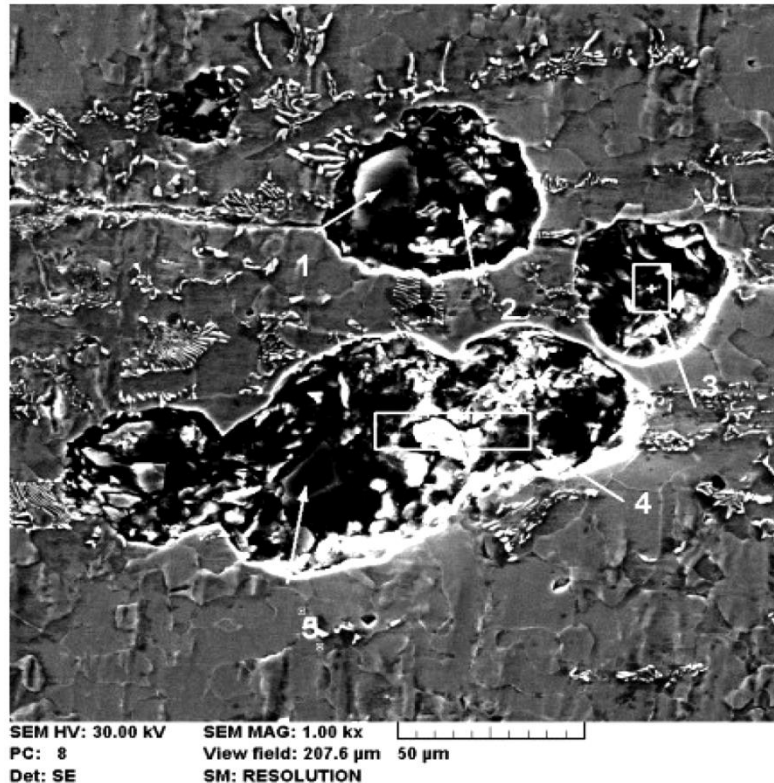


Рис. 6. Элементный состав неметаллических частиц в ликвационной полосе образца 1.5 (Quanta 200, энергодисперсионный спектрометр EDAX)

Общая загрязненность основного металла и металла в зонах сварного шва исследуемых труб составляет 3 балла и более по ГОСТ 1778-70 [13]. В отдельных зонах загрязненность неметаллическими включениями превышает 5 баллов по ГОСТ 1778-70 [13].

4. Заключение

При визуальном обследовании и обследовании с помощью стереоскопического микроскопа (увеличение до $\times 100$) внешней поверхности зон сварных соединений труб каких-либо дефектов (трещин, непроваров, раковин), выводящих толщину стенок труб за пределы допуска (более 10 %), не выявлено. Наблюдаемые канавки вдоль границ сварных швов внутренней поверхности труб, образованные наплывами внутреннего грата под стенкой труб, при рентгенографическом контроле были интерпретированы как дефекты сварного шва. Очевидно, данное ошибочное предположение основано на корреляции картин рентгеновских снимков с положением канавок в зонах исследованных сварных соединений. По химическому составу основной металл исследованных образцов труб соответствует стали 20 по ГОСТ 1050-2013 [1]. Структурное состояние сварного шва и зоны сплавления не обнаруживает дефектов, указывающих на нарушение технологии формирования ВЧС-шва. Результаты контроля электросварных труб радиографическим методом не подтверждаются результатами визуально-измерительного контроля, металлографических исследований и магнитного контроля, поэтому трубы признаны пригодными для промышленного применения.

Результаты работы показывают целесообразность комплексного применения различных методов контроля для достоверного выявления имеющихся недопустимых дефектов.

Благодарность

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (шифр «Диагностика», № 122021000030-1).

Литература

1. ГОСТ 1050–2013.
2. ГОСТ 10705–80.
3. The UMD–101MK flaw detection equipment for automated magnetic inspection of electrically welded small and medium pipes over the entire wall thickness and perimeter / A. S. Shleenkov, O. A. Bulychev, S. A. Shleenkov, D. V. Novgorodov // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. – 2019. – Iss. 6. – P. 87–101. – DOI: 10.17804/2410-9908.2019.6.087-101. – URL: http://dream-journal.org/issues/2019-6/2019-6_267.html
4. Estimating the possibility of the magnetic detection of microflaws in weld seams of longitudinal electric-welded pipes manufactured by butt high-frequency welding / A. S. Shleenkov, V. G. Bychkov, O. A. Bulychev, N. M. Lyadova, V. E. Shcherbinin // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2010. – Vol. 46. – P. 92–97. – DOI: 10.1134/S1061830910020038.
5. Shleenkov A. S., Bulychev O. A., Shleenkov S. A. The UMD–101M plant for automated bulk magnetic nondestructive testing of quality of electric-welded pipes // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2008. – Vol. 44. – P. 574–578. – DOI: 10.1134/S106183090808010X.
6. Kruglova G. V., Knyazyuk L. V., Kortov V. S. Determination of faulty-fusion dimensions in a cross section of a welded seam by radiographic testing // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2005. – Vol. 41. – P. 251–255. – DOI: 10.1007/s11181-005-0158-x.
7. Kruglova E. V., Knyazyuk L. V. Determination of welded joint flaw dimensions on the basis of scanned X-ray images // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2004. – Vol. 40. – P. 57–60. – DOI: 10.1023/B:RUNT.0000036430.21233.f3.
8. Radioscopy of remnant joint line in a friction stir welded seam / S. Yu. Tarasov, V. E. Rubtsov, E. A. Kolubaev, S. F. Gnyusov, Yu. A. Kudinov // *Russian Journal of Nondestructive Testing*. – 2015. – Vol. 51. – P. 573–579. – DOI: 10.1134/S1061830915090090.
9. Кудояров Р. У., Багин А. С., Могильнер Л. Ю. Повышение выявляемости дефектов сварных швов труб большого диаметра в условиях заводов-изготовителей // *Наука и технологии трубопроводного транспорта нефти и нефтепродуктов*. – 2016. – № 4. – С. 78–83.
10. ГОСТ 5640–68.
11. ГОСТ 8233–56.
12. ГОСТ 5639–82.
13. ГОСТ 1778–70.
14. Мокроусов В. И. Влияние дефекта внешней фаски продольного сварного шва на прочность стальной трубы // *Современные тенденции развития науки и технологий*. – 2016. – № 2–3. – С. 67–74.
15. Влияние послесварочной обработки на механические и коррозионные свойства сварных соединений ВЧС / Л. Выбойщик, Н. Сопин, М. Колосовский, Е. Ермольчик, А. Абуздин // *Технадзор*. – 2015. – № 12 (109). – С. 594–595.
16. Захарова И. В., Роянов В. А., Душенин С. С. Анализ влияния неметаллических включений и микроструктуры на качество сварных соединений стали трубного назначения // *Наука та виробництво*. – 2018. – Вып. 19. – С. 88–97.
17. Влияние ликвационной полосы на распределение напряжений в стенке трубы / М. А. Худяков, М. Х. Муфтахов, В. К. Бердин, М. М. Закирничная // *Нефтегазовое дело*. – 2006. – № 2. – С. 68. – URL: http://ogbus.ru/files/ogbus/authors/Hudyakov/Hudyakov_1.pdf

18. Дослідження мікроструктури зварювального шва, легованого молібденом, на сталі 20К / В. Д. Макаренко, Ю. Л. Винников, А. М. Ногіна, О. О. Петренко // Проблеми тертя та зношування. – 2020. – № 1 (86). – С. 98–107. – DOI: 10.18372/0370-2197.1(86).14496.
19. Федосеева Е. М. Влияние структуры и неметаллических включений на свойства сварных швов из стали Х65 // Вестник ПНИПУ. – 2015. – Т. 17, № 4. – С. 76–87. – DOI: 10.15593/2224-9877/2015.4.06.
20. Исследование состава неметаллических включений сварных швов рельсовых соединений, полученных при их электроконтактной сварке / Е. В. Полевой, Н. А. Козырев, Р. А. Шевченко, А. А. Усольцев // Черная металлургия. Бюллетень научно-технической и экономической информации. – 2020. – № 76 (3). – С. 251–256. – DOI: 10.32339/0135-5910-2020-3-251-256.