

# ВЕКТОР НАУКИ

## Тольяттинского государственного университета

Основан в 2008 г.

№ 4 (42)  
2017

16+

Ежеквартальный  
научный журнал

**Учредитель** – Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Тольяттинский государственный университет»

**Главный редактор:**

*Криштал Михаил Михайлович, д.ф.-м.н., профессор*

**Заместитель главного редактора по общим вопросам:**

*Коротелев Александр Алексеевич, д.п.н.*

**Заместитель главного редактора по техническому направлению, секция «Машиностроение и машиноведение»:**

*Шайкин Александр Петрович, д.т.н., профессор*

**Заместитель главного редактора по техническому направлению, секция «Металлургия и материаловедение»:**

*Мерсон Дмитрий Львович, д.ф.-м.н., профессор*

**Заместитель главного редактора по техническому направлению, секция «Химическая технология»:**

*Остапенко Геннадий Иванович, д.х.н., профессор*

**Заместитель главного редактора по гуманитарному направлению, секция «Социологические науки»:**

*Иванова Татьяна Николаевна, д.соц.н., доцент*

**Заместитель главного редактора по гуманитарному направлению, секция «Языкознание»:**

*Тараносова Галина Николаевна, д.п.н., профессор*

*Муранова Екатерина Валентиновна – ответственный секретарь*

Входит в систему «Российский индекс научного цитирования» и перечень российских рецензируемых научных журналов.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций (свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-36741 от 1 июля 2009 г.).

Компьютерная верстка:

Н.А. Никитенко

Ответственный/технический редактор:

Н.А. Никитенко

**Адрес редакции:** 445020, Самарская обл., г. Тольятти, ул. Белорусская, 14  
Тел./факс: (8482) 54-63-64  
vektornaukitgu@yandex.ru  
<http://www.tltsu.ru>

Подписано в печать 29.12.2017.

Выход в свет 28.02.2018.

Формат 60×84 1/8.

Печать оперативная.

Усл. п. л. 23,7.

Тираж 50 экз. Заказ 3-03-18.

Цена свободная.

Издательство Тольяттинского государственного университета  
445020, г. Тольятти,  
ул. Белорусская, 14

## СВЕДЕНИЯ О ЧЛЕНАХ РЕДКОЛЛЕГИИ

*Главный редактор*

**Кристал Михаил Михайлович**, доктор физико-математических наук, профессор, ректор Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

*Заместитель главного редактора по общим вопросам*

**Коростелев Александр Алексеевич**, доктор педагогических наук, профессор кафедры «Педагогика и методики преподавания» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

*Заместитель главного редактора по техническому направлению, секция «Машиностроение и машиноведение»*

**Шайкин Александр Петрович**, доктор технических наук, профессор кафедры «Энергетические машины и системы управления» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

*Заместитель главного редактора по техническому направлению, секция «Металлургия и материаловедение»*

**Мерсон Дмитрий Львович**, доктор физико-математических наук, профессор, директор Научно-исследовательского института перспективных технологий Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

*Заместитель главного редактора по техническому направлению, секция «Химическая технология»*

**Остапенко Геннадий Иванович**, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой «Химия, химические процессы и технологии» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

*Заместитель главного редактора по гуманитарному направлению, секция «Социологические науки»*

**Иванова Татьяна Николаевна**, доктор социологических наук, доцент, заведующий кафедрой «Социология» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

*Заместитель главного редактора по гуманитарному направлению, секция «Языкознание»*

**Тараносова Галина Николаевна**, доктор педагогических наук, профессор, профессор кафедры «Русский язык и литература» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

*Редколлегия:*

**Андреюшкина Татьяна Николаевна**, доктор филологических наук, доцент, профессор кафедры «Теория и практика перевода» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

**Бакалова Зинаида Николаевна**, доктор филологических наук, профессор, профессор кафедры «Русский язык, культура речи и методика их преподавания» Поволжской государственной социально-гуманитарной академии (Самара, Россия).

**Борисова Елена Борисовна**, доктор филологических наук, профессор кафедры английской филологии и межкультурной коммуникации Поволжской государственной социально-гуманитарной академии (Самара, Россия).

**Бочкарев Петр Юрьевич**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Проектирование технических и технологических комплексов» Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. (Саратов, Россия).

**Бржозовский Борис Максович**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Проектирование технических и технологических комплексов» Саратовского государственного технического университета имени Гагарина Ю.А. (Саратов, Россия).

**Буранок Олег Михайлович**, доктор филологических наук, доктор педагогических наук, профессор, заведующий кафедрой русской, зарубежной литературы и методики преподавания литературы Поволжской государственной социально-гуманитарной академии (Самара, Россия).

**Верещака Анатолий Степанович**, доктор технических наук, профессор кафедры «Технология машиностроения» Московского государственного технологического университета «СТАНКИН» (Москва, Россия).

**Виноградов Алексей Юрьевич**, доктор технических наук, замдиректора по научной работе Научно-исследовательского института перспективных технологий Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

**Гаврюшин Сергей Сергеевич**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Компьютерные системы автоматизации производства» Московского государственного технического университета имени Н.Э. Баумана (Москва, Россия).

**Глезер Александр Маркович**, доктор физико-математических наук, профессор, директор института металловедения и физики металлов имени Г.В. Курдюмова ФГУП «Центральный научно-исследовательский институт имени И.П. Бардина» (Москва, Россия).

**Горбунов Юрий Иванович**, доктор филологических наук, доцент, профессор кафедры «Теория и практика перевода» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

**Готлиб Анна Семеновна**, доктор социологических наук, профессор, заведующий кафедрой «Методология социологических и маркетинговых исследований» Самарского государственного университета (Самара, Россия).

**Денисенко Александр Федорович**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Автоматизированные станочные и инструментальные системы» Самарского государственного технического университета (Самара, Россия).

**Звоновский Владимир Борисович**, доктор социологических наук, директор Самарской региональной общественной организации «Фонд социальных исследований» (Самара, Россия).

**Иванян Елена Павловна**, доктор филологических наук, профессор, профессор кафедры «Русский язык, культура речи и методика их преподавания» Поволжской государственной социально-гуманитарной академии (Самара, Россия).

**Казakov Александр Анатольевич**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Металлургические технологии» института металлургии, машиностроения и транспорта Санкт-Петербургского государственного политехнического университета (Санкт-Петербург, Россия).

**Карпов Михаил Иванович**, доктор технических наук, профессор, член-корреспондент РАН, заведующий лабораторией Института физики твердого тела Российской академии наук (Черноголовка, Россия).

**Кострова Ольга Андреевна**, доктор филологических наук, профессор, профессор кафедры немецкого языка Поволжской государственной социально-гуманитарной академии (Самара, Россия).

**Кудря Александр Викторович**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры металловедения и физики прочности Национального исследовательского технологического университета «МИСиС» (Москва, Россия).

**Кузьминский Анатолий Иванович**, член-корреспондент НАПН Украины, доктор педагогических наук, профессор, профессор кафедры педагогики высшей школы и образовательного менеджмента Черкасского национального университета имени Богдана Хмельницкого (Черкассы, Украина).

**Кулинич Марина Александровна**, доктор культурологии, профессор кафедры английской филологии и межкультурной коммуникации Поволжской государственной социально-гуманитарной академии (Самара, Россия).

**Ларшин Василий Петрович**, доктор технических наук, профессор кафедры «Технология машиностроения» Одесского национального политехнического университета (Одесса, Украина).

**Лодатко Евгений Александрович**, доктор педагогических наук, доцент, профессор кафедры педагогики высшей школы и образовательного менеджмента Черкасского национального университета имени Богдана Хмельницкого (Черкассы, Украина).

**Макаров Алексей Викторович**, доктор технических наук, заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук (Екатеринбург, Россия).

**Морозова Алевтина Николаевна**, доктор филологических наук, заведующий кафедрой английского языка и методики преподавания иностранных языков Поволжской государственной социально-гуманитарной академии (Самара, Россия).

**Морозова Ирина Станиславовна**, доктор психологических наук, профессор, заведующий кафедрой общей психологии и психологии развития Кемеровского государственного университета (Кемерово, Россия).

**Наймарк Олег Борисович**, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией «Физические основы прочности» Института механики сплошных сред Уральского отделения Российской академии наук (Пермь, Россия).

**Носов Николай Васильевич**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Технология машиностроения», декан факультета машиностроения и автомобильного транспорта Самарского государственного технического университета (Самара, Россия).

**Орлова Людмила Викторовна**, доктор социологических наук, профессор, заведующий кафедрой «Управление персоналом» Самарской академии государственного и муниципального управления (Самара, Россия).

**Пилинский Александр Вениаминович**, кандидат технических наук, доцент, MSME (Master of Science in Mechanical Engineering), менеджер компании «Реймер Металс Корпорейшн» (Лос-Анджелес, США).

**Плахова Ольга Александровна**, доктор филологических наук, доцент, профессор кафедры «Теория и методика преподавания иностранных языков и культур» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

**Романов Алексей Евгеньевич**, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник сектора теории твердого тела Физико-технического института имени А.Ф. Иоффе Российской академии наук, заведующий кафедрой светодиодных технологий Санкт-Петербургского национального исследовательского университета информационных технологий, механики и оптики (Санкт-Петербург, Россия).

**Рубаник Василий Васильевич**, член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, доцент Института технической акустики Национальной академии наук Беларуси (Витебск, Беларусь).

**Старобинский Рудольф Натанович**, доктор технических наук, профессор, научный консультант инженерного бюро «Prof. Starobinski. Silencers. Consulting and Engineering» (Гамбург, Германия).

**Табаков Владимир Петрович**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Металлорежущие станки и инструменты» Ульяновского государственного технического университета (Ульяновск, Россия).

**Тарский Юрий Иванович**, доктор социологических наук, профессор, заведующий кафедрой «Социология и социальная политика» Поволжского института управления имени П.А. Столыпина (Саратов, Россия).

**Тарская Ольга Юрьевна**, доктор социологических наук, доцент, профессор кафедры «Социология и социальная политика» Поволжского института управления имени П.А. Столыпина (Саратов, Россия).

**Худобин Леонид Викторович**, заслуженный деятель науки и техники РСФСР, доктор технических наук, профессор кафедры «Технология машиностроения» Ульяновского государственного технического университета (Ульяновск, Россия).

**Шиняева Ольга Викторовна**, доктор социологических наук, профессор, заведующий кафедрой «Политология, социология и связь с общественностью» Ульяновского государственного технического университета (Ульяновск, Россия).

**Шишков Владимир Александрович**, доктор технических наук, начальник технического отдела ООО «Рекар» (Тольятти, Россия).

**Щербакова Галина Ивановна**, доктор филологических наук, профессор, профессор кафедры «Журналистика» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

**Эстрин Юрий Захарович**, кандидат физико-математических наук, доктор естественных наук (Германия), почетный доктор РАН, профессор кафедры материаловедения Университета имени Монаша (Мельбурн, Австралия).

**Явон Снежана Владимировна**, доктор социологических наук, доцент, доцент кафедры «Социальные технологии» Поволжского государственного университета сервиса (Тольятти, Россия).

**Ярыгин Анатолий Николаевич**, доктор педагогических наук, профессор, профессор кафедры «Информатика и вычислительная техника» Тольяттинского государственного университета (Тольятти, Россия).

---

## СОДЕРЖАНИЕ

### ТЕХНИЧЕСКИЕ НАУКИ

#### ИССЛЕДОВАНИЕ МЕДНЫХ ПОРОШКОВ РАЗЛИЧНЫХ МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ФОРМ В ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЯХ

Т.А. Боргардт, Н.Н. Грызунова.....13

#### НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОЕ СОСТОЯНИЕ УПРУГОГО ТЕЛА С ПОЧТИ КРУГОВЫМ ВКЛЮЧЕНИЕМ ПРИ УЧЕТЕ МЕЖФАЗНОГО НАПРЯЖЕНИЯ

А.Б. Вакаева.....20

#### О ВЫБОРЕ ГРАНИЧНЫХ УСЛОВИЙ ПРИ КОМПЬЮТЕРНОМ МОДЕЛИРОВАНИИ ФУНКЦИОНАЛЬНО-МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ПОРИСТЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ СПЛАВА С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

А.Е. Волков, М.Е. Евард, Е.Н. Япарова.....26

#### ФРАГМЕНТИРОВАННЫЕ СТРУКТУРЫ МЕДИ В ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЯХ

А.М. Грызунов, А.А. Викарчук.....32

#### ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ВРЕМЕНИ СВАРКИ ДАВЛЕНИЕМ НА ФОРМИРОВАНИЕ СОЕДИНЕНИЯ ТИТАНОВОГО СПЛАВА СО СПЛАВОМ Х2Н98

И.И. Ибрагимова, М.Ф. Имаев, Р.Г. Хазгалиев, Р.Р. Мулюков.....40

#### ВЛИЯНИЕ ДИФФУЗИОННЫХ ПРОЦЕССОВ НА САМООРГАНИЗАЦИЮ ПОВЕРХНОСТИ МНОГОСЛОЙНОГО ПЛЕНОЧНОГО ПОКРЫТИЯ

С.А. Костырко, Г.М. Шувалов.....46

#### ОСОБЕННОСТИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ СТАЛЕЙ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ШТАМПОВ ГОРЯЧЕГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ

С.Е. Крылова, Е.В. Ромашков, Г.П. Пилипчук.....52

#### СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СТАРЕНИЯ И ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ

А.В. Макаров, С.Н. Лучко, Е.Г. Волкова,  
А.Л. Осинцева, А.В. Литвинов.....59

#### ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА УПРОЧНЕНИЕ И КАЧЕСТВО АЗОТИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

А.В. Макаров, Г.В. Самойлова, А.С. Мамаев,  
А.Л. Осинцева, Р.А. Саврай.....67

#### ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА НАВОДОРОЖИВАНИЯ НА ДЕФОРМАЦИОННОЕ УПРОЧНЕНИЕ И РАЗРУШЕНИЕ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ СТАЛИ

В.А. Москвина, Е.Г. Астафурова, Г.Г. Майер,  
Е.В. Мельников, Н.К. Гальченко.....75

<b>ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ГАЛОБУТИЛКАУЧУКОВ. ЧАСТЬ 1. ТЕХНОЛОГИЯ ГАЛОГЕНИРОВАНИЯ БУТИЛКАУЧУКА, РЕАЛИЗОВАННАЯ В ПРОМЫШЛЕННОСТИ</b> Ю.Н. Орлов.....	83
<b>ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ГАЛОБУТИЛКАУЧУКОВ. ЧАСТЬ 2. АЛЬТЕРНАТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ГАЛОГЕНИРОВАНИЯ БУТИЛКАУЧУКА</b> Ю.Н. Орлов.....	92
<b>ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ РЕЖИМОВ ПОСЛЕСВАРОЧНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНУЮ И МЕХАНИЧЕСКУЮ НЕОДНОРОДНОСТЬ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СРЕДНЕЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ, ВЫПОЛНЕННЫХ РОТАЦИОННОЙ СВАРКОЙ ТРЕНИЕМ</b> Е.Ю. Приймак, А.В. Степанчукова, Н.Ю. Трякина, А.П. Фот, А.С. Атамашкин.....	99
<b>АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ TiC-Ni НА ШТАМПОВОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ</b> Д.А. Романов, Е.В. Протопопов, В.А. Батаев, Е.М. Кузив, В.Е. Громов, Ю.Ф. Иванов.....	108
<b>СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТИ НАПЛАВКИ, ОБЛУЧЕННОЙ ИНТЕНСИВНЫМ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ</b> Ю.А. Рубанникова, В.Е. Громов, Д.А. Косинов, В.Е.Кормышев.....	119
<b>БЫСТРОЗАКАЛЕННЫЕ АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ЛЕНТЫ С ЭФФЕКТОМ ОБРАТИМОЙ ПАМЯТИ ФОРМЫ ИЗ СПЛАВА <math>Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}</math> ДЛЯ МИКРОМЕХАНИЧЕСКИХ УСТРОЙСТВ</b> Н.Н. Ситников, И.А. Хабибуллина, А.В. Шеляков.....	125
<b>ВЛИЯНИЕ ФРИКЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА NiCrBSi ПОКРЫТИЯ, ПОЛУЧЕННОГО ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКОЙ</b> Н.Н. Соболева, А.В. Макаров, И.Ю. Малыгина.....	135
<b>ОЦЕНКА ВОЗДЕЙСТВИЯ КАРБОНИТРАЦИИ НА ПОЛОЖЕНИЕ ПОРОГА ХЛАДНОЛОМКОСТИ В СРЕДНЕУГЛЕРОДИСТЫХ ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ</b> А.В. Степанчукова, Е.Ю. Приймак, И.Л. Яковлева, Н.А. Терещенко, Е.Ю. Чирков.....	141
<b>ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ ВОДОРОДОМ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ХАРАКТЕР РАЗРУШЕНИЯ СТАЛИ X17H13M3</b> А.С. Фортуна, В.А. Москвина, Г.Г. Майер, Е.В. Мельников, Е.Г. Астафурова.....	149
<b>ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ</b> А.В. Яковлев, В.А. Федоров, Т.Н. Плужникова, Д.Ю. Федотов, А.Д. Березнер.....	156

**ГУМАНИТАРНЫЕ НАУКИ**

**ПЕРЕВОД КАК «ДИАЛЕКТ ВСЕОБЩЕГО ЯЗЫКА ПОЭЗИИ»:**

**РУССКАЯ ПОЭЗИЯ**

**В «МУЗЕЕ СОВРЕМЕННОЙ ПОЭЗИИ» (1960/2002) Г.М. ЭНЦЕНСБЕРГЕРА**

Т.Н. Андреюшкина.....165

**АНТИАЛКОГОЛЬНАЯ ПОЛИТИКА В СОВРЕМЕННОЙ РОССИИ:**

**ПРЕВЕНЦИЯ ИЛИ РЕСТРИКЦИЯ?**

Ю.Ю. Белова.....171

**«НОВОЕ РЕЛИГИОЗНОЕ СОЗНАНИЕ» КАК СОЦИАЛЬНЫЙ ПРОЕКТ**

А.А. Воеводина.....177

**ОСОБЕННОСТИ САМОСОХРАНИТЕЛЬНОГО ПОВЕДЕНИЯ ЛИЦ,  
ДОСТИГШИХ ПОЖИЛОГО ВОЗРАСТА: РЕГИОНАЛЬНЫЙ АСПЕКТ**

Л.А. Лещенко.....181

**ГОЛОФРАСТИЧЕСКИЕ КОНСТРУКЦИИ**

**В АМЕРИКАНСКОМ ПРЕДВЫБОРНОМ ДИСКУРСЕ**

А.А. Сорокина.....187

**НАШИ АВТОРЫ.....192**

---

## CONTENT

### TECHNICAL SCIENCES

#### THE STUDY OF COPPER POWDERS OF VARIOUS MORPHOLOGICAL FORMS IN TEMPERATURE FIELDS

T.A. Borgardt, N.N. Gryzunova..... 13

#### STRESS-STRAIN STATE OF AN ELASTIC BODY WITH A NEARLY CIRCULAR INCLUSION INCORPORATING INTERFACIAL STRESS

A.B. Vakaeva..... 20

#### CONCERNING THE SELECTION OF BOUNDARY CONDITIONS DURING THE COMPUTER MODELLING OF FUNCTIONAL-MECHANICAL BEHAVIOR OF POROUS SHAPE MEMORY ALLOY SAMPLES

A.E. Volkov, M.E. Evard, E.N. Yaparova..... 26

#### THE FRAGMENTED STRUCTURE OF COPPER IN TEMPERATURE FIELDS

A.M. Gryzunov, A.A. Vikarchuk..... 32

#### THE INFLUENCE OF TEMPERATURE AND TIME OF PRESSURE WELDING ON THE FORMATION OF A JOINT BETWEEN THE TITANIUM ALLOY AND Ni-2 %Cr ALLOY

I.I. Ibragimova, R.G. Khazgaliev, M.F. Imayev, R.R. Mulyukov..... 40

#### THE INFLUENCE OF DIFFUSION PROCESSES ON THE SURFACE SELF-ORGANIZATION IN THE MULTILAYER FILM COATING

S.A. Kostyrko, G.M. Shuvalov..... 46

#### SPECIAL ASPECTS OF HEAT TREATMENT OF STEELS FOR THE PRODUCTION OF HOT DEFORMATION STAMPS

S.E. Krylova, E.V. Romashkov, G.P. Pilipchuk..... 52

#### THE STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND MICROMECHANICAL CHARACTERISTICS OF HIGH-NITROGEN AUSTENITIC STEEL AFTER HIGH-TEMPERATURE AGEING AND DEFORMATION BY SHEAR UNDER PRESSURE

A.V. Makarov, S.N. Luchko, E.G. Volkova,  
A.L. Osintseva, A.V. Litvinov..... 59

#### THE INFLUENCE OF PRELIMINARY DEFORMATION TREATMENT ON THE HARDENING AND QUALITY OF THE NITRIDED SURFACE OF AUSTENITE STAINLESS STEEL

A.V. Makarov, G.V. Samoylova, A.S. Mamaev,  
A.L. Osintseva, R.A. Savray..... 67

#### THE INFLUENCE OF HYDROGEN-CHARGING REGIME ON THE STRAIN HARDENING AND FRACTURE MECHANISM OF HIGH-NITROGEN STEEL

V.A. Moskvina, E.G. Astafurova, G.G. Maier,  
E.V. Melnikov, N.K. Galchenko..... 75

<b>THE TECHNOLOGIES OF HALOBUTYL RUBBERS PRODUCTION. PART 1. THE TECHNOLOGY OF BUTYL RUBBER HALOGENATION IMPLEMENTED IN THE MANUFACTURING INDUSTRY</b> Yu.N. Orlov.....	83
<b>THE TECHNOLOGIES OF HALOBUTYL RUBBER PRODUCTION. PART 2. ALTERNATIVE TECHNOLOGIES OF BUTYL RUBBER HALOGENATION</b> Yu.N. Orlov.....	92
<b>THE INFLUENCE OF VARIOUS MODES OF POST-WELD HEAT TREATMENT ON THE STRUCTURAL AND MECHANICAL HETEROGENEITY OF WELDED JOINTS OF MEDIUM ALLOY STEELS PRODUCED BY ROTATIONAL FRICTION WELDING</b> E.Yu. Priymak, A.V. Stepanchukova, N.Yu. Tryakina, A.P. Fot, A.S. Atamashkin.....	99
<b>THE ANALYSIS OF THE STRUCTURE OF ELECTROEXPLOSIVE COATINGS OF THE TiC-Ni SYSTEM ON THE DIE STEEL AFTER THE ELECTRON-BEAM TREATMENT</b> D.A. Romanov, E.V. Protopopov, V.A. Bataev, E.M. Kuziv, V.E. Gromov, Yu.F. Ivanov.....	108
<b>THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF SURFACING SURFACE IRRADIATED BY THE INTENSIVE LOW-ENERGY PULSED ELECTRON BEAM</b> Yu.A. Rubannikova, V.E. Gromov, D.A. Kosinov, V.E. Kormyshev.....	119
<b>RAPIDLY QUENCHED AMORPHOUS-CRYSTALLINE Ti<sub>50</sub>Ni<sub>25</sub>Cu<sub>25</sub> ALLOY RIBBONS WITH THE TWO-WAY SHAPE MEMORY EFFECT FOR THE MICROMECHANICAL DEVICES</b> N.N. Sitnikov, I.A. Khabibullina, A.V. Shelyakov.....	125
<b>THE INFLUENCE OF FRICTIONAL TREATMENT ON THE MICROMECHANICAL PROPERTIES OF NiCrBSi COATING PRODUCED BY LASER CLADDING</b> N.N. Soboleva, A.V. Makarov, I.Yu. Malygina.....	135
<b>THE ASSESSMENT OF IMPACT OF CARBONITRIDING ON THE LOCATION OF COLD-BRITTLENESS THRESHOLD IN THE MEDIUM-CARBON ALLOY STEELS</b> A.V. Stepanchukova, E.Yu. Priymak, I.L. Yakovleva, N.A. Tereshchenko, E.Yu. Chirkov.....	141
<b>THE INFLUENCE OF HYDROGEN CHARGING ON THE MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE MODE OF Cr17Ni13Mo3 AUSTENITIC STAINLESS STEEL</b> A.S. Fortuna, V.A. Moskvina, G.G. Mayer, E.V. Melnikov, E.G. Astafurova.....	149
<b>THE INFLUENCE OF THERMAL TREATMENT ON THE MAGNETIC PROPERTIES OF AMORPHOUS METALLIC ALLOYS</b> A.V. Yakovlev, V.A. Fedorov, T.N. Pluzhnikova, D.Yu. Fedotov, A.D. Berezner.....	156



**HUMANITIES****TRANSLATING AS “DIALECT OF WORLD-WIDE LANGUAGE OF POETRY”:  
RUSSIAN POETRY IN H.M. ENZENSBERGER’S  
“MUSEUM DER MODERNEN POESIE” (1960/2002)**

T.N. Andreiushkina.....165

**ANTI-ALCOHOL POLICY IN CONTEMPORARY RUSSIA:  
PREVENTION OR RESTRICTION?**

Yu.Yu. Belova.....171

**“NEW RELIGIOUS CONSCIOUSNESS” AS A SOCIAL PROJECT**

A.A. Voevodina.....177

**SPECIAL CHARACTERISTICS OF SELF-PRESERVATION BEHAVIOR  
OF ELDERLY PEOPLE: REGIONAL ASPECT**

L.A. Leshchenko.....181

**HOLOPHRASIS IN THE AMERICAN ELECTION DISCOURSE**

A.A. Sorokina.....187

**OUR AUTHORS.....192**



---

**ТЕХНИЧЕСКИЕ  
НАУКИ**

---



## ИССЛЕДОВАНИЕ МЕДНЫХ ПОРОШКОВ РАЗЛИЧНЫХ МОРФОЛОГИЧЕСКИХ ФОРМ В ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЯХ

© 2017

*Т.А. Боргардт*, инженер НИО-3 «Нанокатализаторы и функциональные материалы»  
*Н.Н. Грызунова*, кандидат физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник НИО-3  
«Нанокатализаторы и функциональные материалы»  
*Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)*

*Ключевые слова:* медь; медный порошок; икосаэдрические частицы; термообработка; дифференциальная сканирующая калориметрия.

*Аннотация:* Известно, что каталитическая активность для одного и того же вещества может существенно отличаться в зависимости от строения его поверхности. Стоит отметить, что многие каталитические реакции протекают при повышенных температурах. Поэтому катализаторы, в которых в качестве активных компонентов используются «мягкие» металлы (Cu, Zn, Au, Ag, Mg и др.) с особой внутренней структурой и морфологией поверхности, имеют строгие ограничения в эксплуатации по температуре. Катализаторы на основе меди широко используются при синтезе различных химических веществ, в частности в синтезе анилина. В статье приведен сравнительный анализ воздействия температурных полей на медные порошки с частицами примерно одинаковых размеров, но имеющих разную внутреннюю структуру и морфологию поверхности. Сравнивались электролитические порошки меди четырех типов. Первый представлял собой кристаллы с ГЦК решеткой, частицы второго и третьего имели форму икосаэдров (но разной морфологии поверхности), шесть осей симметрии 5-го порядка и были ограничены кристаллографическими плоскостями типа {111}. Четвертый порошок представлял собой крупные образования, состоящие из кристаллов меди сферической формы. В работе показано, что частицы с разной исходной внутренней структурой и морфологией поверхности испытывают схожие изменения в процессе отжига на воздухе: спекание, рост вискерообразования в процессе окисления, образование полостей внутри и пор на поверхности. Однако для икосаэдрических частиц меди наблюдается повышенное выделение запасенной энергии при нагреве в дифференциальном сканирующем калориметре (ДСК), которая активизирует и ускоряет протекание структурно-фазовых превращений в частицах.

### ВВЕДЕНИЕ

Известно, что одно и то же вещество (одного элементного и количественного состава) может проявлять разную каталитическую активность в идентичных химических реакциях [1–3]. Эксперименты многих ученых в области катализа показали, что на активность каталитического вещества влияет не только его природа, но и особенности его внутреннего строения и морфология поверхности. Большинство производимых катализаторов представляют собой пористый носитель, на который наносятся различные активные компоненты [2–4]. У таких катализаторов активные вещества преимущественно нанесены на основу в виде слоев, пленок или сферических частиц.

В настоящее время активно развивается область создания структурированных микро- и нанообъектов, обладающих гранкой [5–7]. Применение таких ограниченных структур в катализе является перспективным. Однако катализ – это, как правило, высокотемпературный процесс, а при высокотемпературном катализе внутри каталитических реакторов возникает значительный градиент температур [8], что неблагоприятно сказывается на процессе синтеза и самом катализаторе, вызывая его выгорание и отравление, в результате чего возможна потеря гранки и изменение формы частиц катализатора [1–3]. Поэтому некоторые катализаторы с активными компонентами из цветных металлов, например Cu, Zn, Ag, и др., с особой внутренней структурой и морфологией поверхности имеют строгие ограничения в использовании по температуре [9]. Таким образом, существует необходимость четко определять оптимальные температурные интервалы работы структурированных катализаторов.

Цель работы – определение калориметрических свойств медных электролитических порошков, состоящих из частиц микронных размеров, и выявление влияния внутренней структуры и морфологии поверхности частиц на их поведение при высоких температурах.

### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для получения медных порошков в работе использовался метод электроосаждения, так как он позволяет получать медные порошки заданных морфологических форм и размеров [10–12]. Электролитические порошки меди с различной внутренней структурой и морфологией поверхности получали электроосаждением из раствора сернокислого электролита следующего состава:  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  – 250 г/л,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  – 98 г/л, бидистиллят. Электроосаждение проводилось в потенциостатическом режиме при разных перенапряжениях и времени осаждения, которые варьировались так, чтобы добиться равномерного осаждения частиц, имеющих определенную морфологию поверхности, на катод-подложку в виде пластин из полированной нержавеющей стали марки 12X18H10. С целью получения порошка частицы удалялись с подложки механическим путем либо с помощью высокочастотных вибраций.

Полученные порошки исследовались на сканирующем электронном микроскопе CarlZeissSigma, что позволило определить их морфологию поверхности. Измерение среднего размера частиц порошка проводилось при помощи лазерного анализатора размера частиц Shimadzu SALD-2300. Определение изменения фазового состава частиц порошка в процессе окисления проводилось при помощи рентгеновского дифрактометра

SHIMADZU XRD-7000. Нагревание образцов одинаковой массы осуществлялось в дифференциальном сканирующем калориметре (ДСК) X-DSC7000 в атмосфере кислорода от 20 до 700 °С со скоростью нагрева 10 °С/мин; кроме того, для проведения термообработки на воздухе использовали муфельную печь ПМ-700п.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

По отработанной методике электроосаждения [13; 14] было получено четыре образца медных порошков. Рентгеноструктурные исследования и анализ микрофотографий показали, что первый образец порошка на 100 % состоит из ГЦК кристаллов меди сферической формы (рис. 1 а), имеющих средний размер 15–20 мкм (рис. 1 б). Кристаллы имеют гофрированный рельеф поверхности без четко выраженной огранки (рис. 1 а). Второй образец имеет сложную форму (рис. 1 в) и представляет собой крупные иерархические образования из частиц сферической формы того же среднего размера, что и в первом случае. Однако средний размер самих дендритоподобных образований значительно превышает 20 мкм (рис. 1 г), т. е. такие образования, из которых состоит порошок, можно рассматривать как совокупность агрегатов, образовавшихся из микрочастиц сферической формы (рис. 1 в).

Частицы третьего и четвертого образцов обладают огранкой и имеют пентагональную симметрию, которая обусловлена особенностями их внутреннего строения [15–17]. В частности, в третьем образце частицы представляют собой совершенные икосаэдры (рис. 2 а), грани которого лежат в системе плоскостей {111}. В то же время в четвертом образце частицы имеют вид первой звездчатой формы икосаэдра (рис. 2 в), которая обладает релаксационными впадинами на поверхности. Средний размер данных частиц также составляет примерно 15–20 мкм (рис. 2 б, 2 г).

Проведенный анализ строения частиц порошков показал, что при одинаковом среднем размере медные частицы имеют значительные различия в морфологии поверхности и во внутренней структуре. В частности, проведенные исследования [15–17] структуры и морфологии поверхности икосаэдрических частиц (ИЧ) меди (рис. 2 а) показали, что они имеют 12 вершин, 30 ребер, 6 осей симметрии 5-го порядка, проходящих через их вершины, содержат частичные дисклинации, высокую концентрацию двойниковых границ, четко выраженную текстуру [15–17]. Все это, по нашему мнению, должно сказываться на различии в поведении порошков в температурных полях.

Действительно, исследования на ДСК медных порошков показали значительные различия в полученных термограммах (рис. 3). Кроме того, при повышении температуры в среде, содержащей кислород, частицы меди активно окисляются. Исследования показали, что фазовый состав частиц в процессе окисления качественно изменялся одинаковым образом, что фиксировалось с помощью рентгеновского дифрактометра: медь в процессе нагрева поэтапно превращалась в оксиды  $\text{Cu}_2\text{O}$  и  $\text{CuO}$ , что согласуется с работами других авторов [18; 19].

На графике ДСК для первого образца медного порошка наблюдается два сильно выраженных экзотермических пика при температурах порядка 480 и 630 °С

(рис. 3 а). На термограмме для ИЧ мы наблюдаем только один значительный пик в интервале 300–600 °С (рис. 3 в). На графике для звездчатых многогранников, как и для ИЧ, можем наблюдать большой пик в интервале 450–600 °С (рис. 3 г).

Такое различие в графиках ДСК для медных порошков одинакового среднего размера при температурах выше 400 °С может зависеть, на наш взгляд, от особенностей их внутреннего строения и морфологии поверхности, о чем свидетельствуют микрофотографии и экспериментальные данные ряда исследователей [18; 19].

Как мы видим, наименьшим количеством запасенной внутренней энергии обладает порошок, состоящий из обычных ГЦК кристаллов сферической формы, а наибольшим – порошок из икосаэдрических частиц (ИЧ). Звездчатые многогранники имеют промежуточное положение между данными порошками, так как на поверхности звездчатых частиц меди мы можем видеть образованные релаксационные впадины на поверхности в икосаэдрической огранке, что является одним из способов частичной релаксации напряжений в частицах в процессе их роста.

Следует также отметить, что изменение энтальпии для порошка из ИЧ в 9 раз больше (рис. 3 в), чем для порошка из сферических ГЦК кристаллов (рис. 3 а). Это может быть связано с тем, что ИЧ обладают большей запасенной внутренней энергией в виде высокоэнергетических дефектов дисклинационного типа [12; 15]. Эта особенность строения ИЧ, по нашему мнению, интенсифицирует реакционные процессы, снижает температуры, при которых они реализуются.

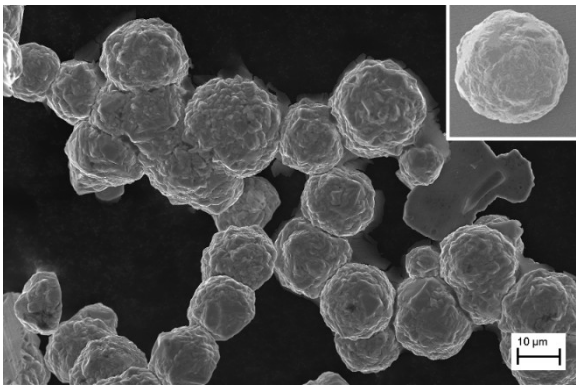
Таким образом, анализ микрофотографий частиц и графиков ДСК позволил сделать выводы о том, что активные процессы в медных порошках начинаются при температурах выше 100 °С. Однако основные преобразования происходят при температурах, которые можно условно разделить на три температурных интервала: 200–300 °С, 400–500 °С, 500–700 °С.

Также нужно отметить, что для частиц с совершенной икосаэдрической формой мы наблюдаем сдвиг данных областей влево и наличие большого экзотермического пика, что говорит о перекрывании двух экзотермических пиков, которые могут быть связаны с большим количеством запасенной в процессе роста энергии.

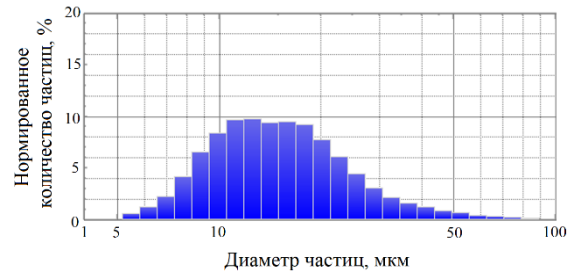
Для детального исследования поведения электролитических порошков при повышенных температурах в кислородосодержащей среде образцы дополнительно отжигались в муфельной печи при температурах 200 °С, 400 °С и 600 °С, входящих в температурные интервалы, указанные ранее (рис. 4).

Изучение микрофотографий после низкотемпературного отжига 200 °С показало, что первый экзотермический пик можно связать с процессом спекания частиц меди (рис. 4). При этом нужно отметить, что спекание ИЧ меди протекает при более низких температурах (порядка 210–230 °С) и более интенсивно, чем для медных ГЦК кристаллов сферической формы.

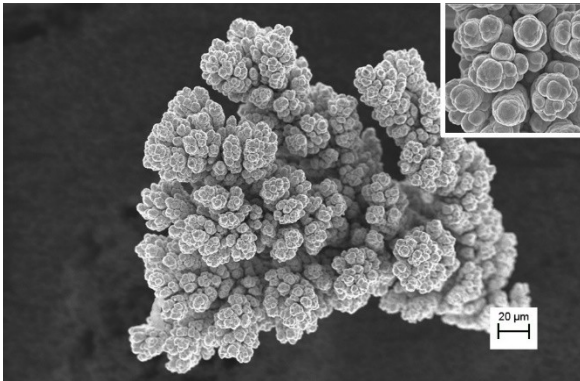
Изучение особенностей внутреннего строения и морфологии поверхности обычных ГЦК кристаллов и ИЧ меди показало, что уже при температуре в 400 °С на поверхности частиц формируется массив вискерообразных структур (рис. 5) и начинает образовываться полость внутри частиц (рис. 5 б), что согласуется с более ранними работами [20; 21].



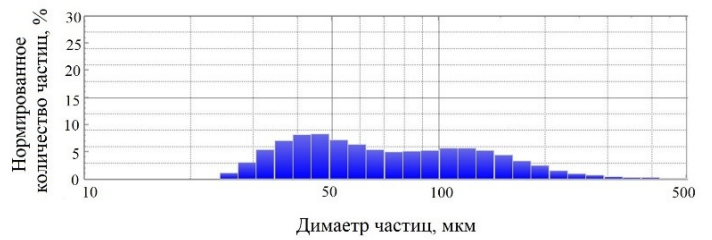
а



б

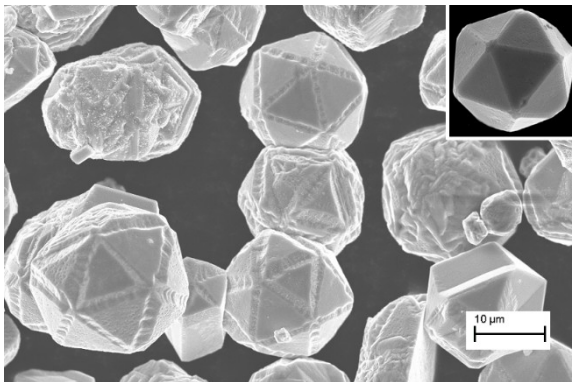


в

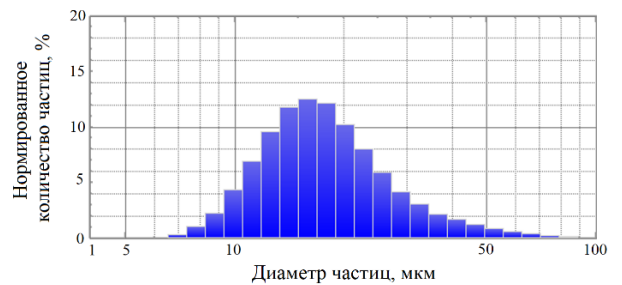


г

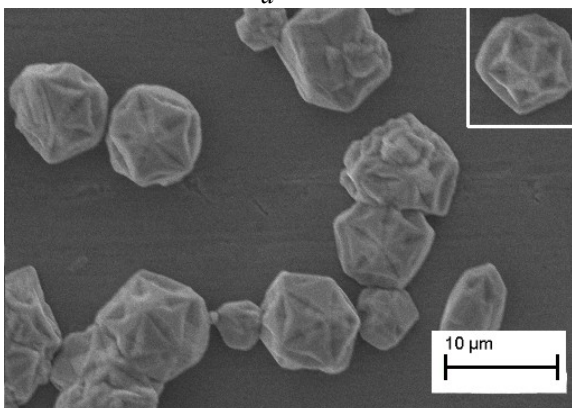
Рис. 1. Микрофотографии морфологии медных порошков из ГЦК кристаллов и гистограммы распределения частиц по размеру: а, б – образец 1; в, г – образец 2



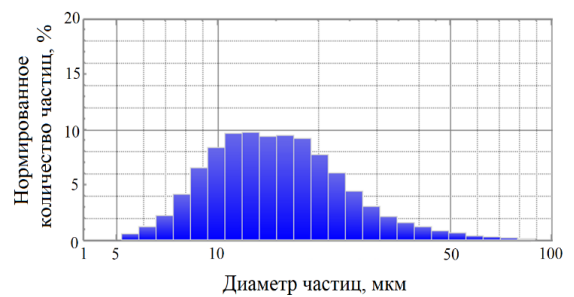
а



б



в



г

Рис. 2. Микрофотографии морфологии медных порошков из частиц с 6 осями симметрии 5-го порядка и гистограммы распределения частиц по размеру: а, б – образец 3; в, г – образец 4

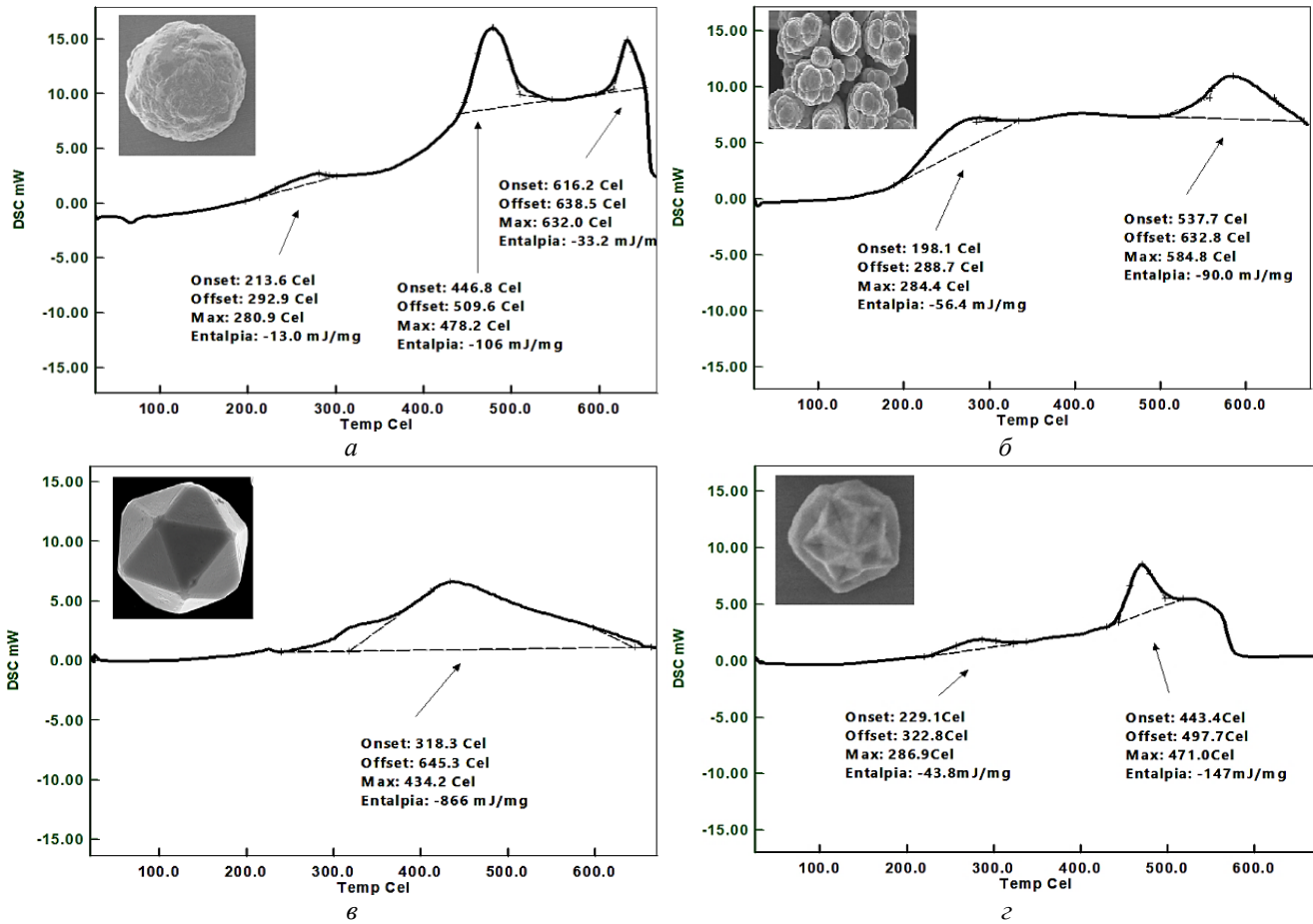


Рис. 3. Графики изменения теплового потока в зависимости от структуры и морфологии поверхности частиц: а – образец 1; б – образец 2; в – образец 3; г – образец 4

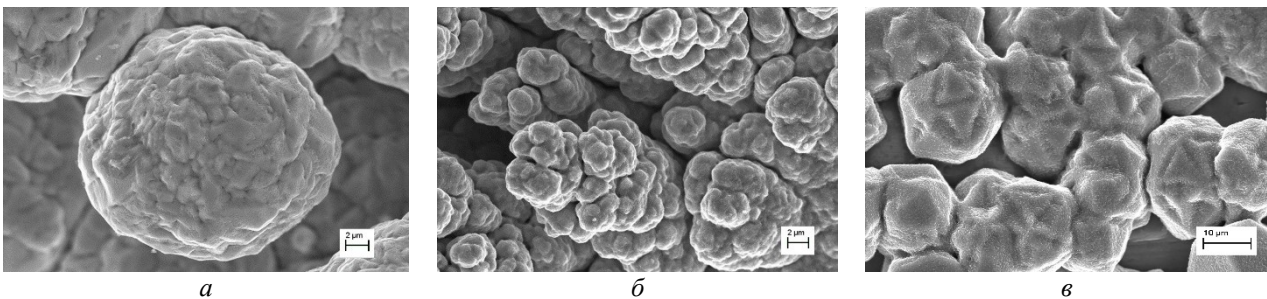


Рис. 4. Частицы медных порошков после нагрева до 200 °С: а – образец 1, б – образец 2, в – образец 3

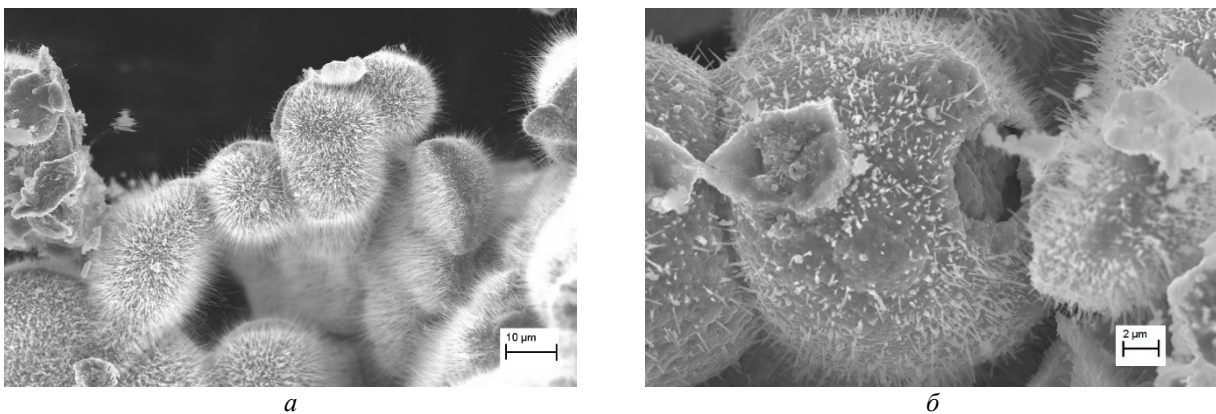


Рис. 5. СЭМ изображение морфологии поверхности частиц порошка меди после отжига при  $T=400$  °С: а – образец 1; б – образец 3



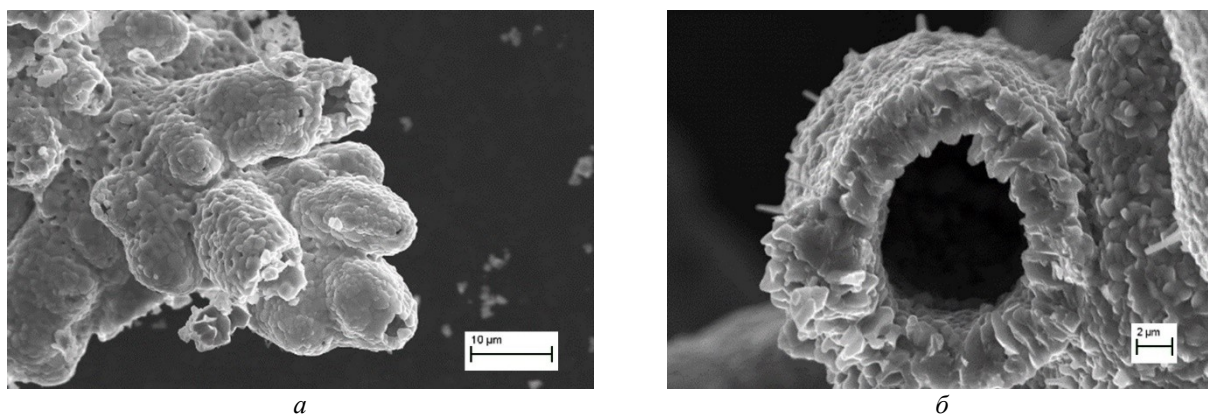


Рис. 6. СЭМ изображение морфологии поверхности частиц порошка меди после отжига при  $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$ :  
а – образец 2; б – образец

Для ИЧ меди мы наблюдаем, что интенсивность роста вискероов и скорость формирования полости в ИЧ меди значительно больше, чем для обычных частиц.

После отжига порошков меди при  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  на поверхности для всех частиц наблюдается исчезновение вискероов и образование нанопор, а также формирование больших внутренних полостей как в ИЧ, так и в ГЦК кристаллах (рис. 6).

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Таким образом, в работе с помощью методики электроосаждения были получены электролитические медные порошки с примерно одинаковым средним размером частиц и различной морфологией их поверхности: гофрированной сферической формы, совершенных икосаэдров, триамбических икосаэдров (первой звездчатой формы), крупных образований, состоящих из сферических кристаллов.

Выполненные исследования полученных нами медных порошков на термическую стабильность в среде, содержащей кислород, показали, что медные порошки различных морфологических форм рекомендуется использовать в низкотемпературном катализе. Различия во внутренней структуре и морфологии поверхности частиц порошков обеспечивают возникновение разного набора экзотермических пиков, что, по нашему мнению, связано с различной концентрацией высокоэнергетических дефектов ростового происхождения в частицах меди и, как следствие, разной запасенной в них внутренней энергии.

Температурные исследования в кислороде показали, что все порошки испытывали одинаковые фазовые и морфологические превращения: спекание, оплавление огранки, окисление, образование вискероов и пор на поверхности и полостей внутри. Обнаружено, что в зависимости от структурных особенностей в порошках наблюдается разная скорость и интенсивность протекания перечисленных процессов. Наиболее активными оказались порошки, имеющие пентагональную симметрию, так как процессы окисления в них начинались несколько раньше, чем в других порошках.

Из перечисленного выше следует, что ИЧ меди целесообразно использовать при температурах не выше  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Этот температурный интервал несколько ниже, чем для других медных порошков (до  $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

*Экспериментальная часть работы выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-02-00517.*

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Одинцов А.А., Сергеев М.О., Ревина А.А., Боева О.А. Адсорбционные свойства и каталитическая активность наночастиц золота, полученных в обратных мицеллах // *Успехи в химии и химической технологии*. 2013. Т. 27. № 6. С. 75–79.
2. Фомина Л.В. Катализ и катализаторы. Барнаул: Алт. ун-т, 2014. 208 с.
3. Кулакова И.И., Лисичкин Г.В. Каталитическая химия. Часть 1. Основы катализа. М.: МГУ, 2014. 112 с.
4. Hamid M.Y., Ehab A. The Adsorption and Decomposition of Formic Acid on  $\text{Cu}\{100\}$  and  $\text{Cu}\{100\}/\text{Pt}$  Surfaces using Temperature Programmed Reaction Spectroscopy // *Indian Journal of Science and Technology*. 2014. Vol. 7. P. 7371–7401.
5. Matthew D.M., Colin J.M. A Microscopic View of the Active Sites for Selective Dehydrogenation of Formic Acid on  $\text{Cu}$  (111) // *ACS Catalysis*. 2015. Vol. 5. P. 1916–1924.
6. Xin Chen, Lihua Jia. Solvothermal synthesis of copper (I) chloride microcrystals with different morphologies as copper-based catalysts for dimethyldichlorosilane synthesis // *Journal of Colloid and Interface Science*. 2013. Vol. 404. P. 16–23.
7. Marks L.D., Peng L. Nanoparticle shape, thermodynamics and kinetics // *Journal of Physics: Condensed Matter*. 2016. Vol. 28. № 5. P. 053001.
8. Нарочный Г.Б., Яковенко Р.Е., Савостьянов А.П. Исследование процесса теплопередачи в трубчатом реакторе в условиях интенсивного синтеза углеводородов из  $\text{CO}$  и  $\text{H}_2$  // *Инженерный вестник Дона*. 2015. № 4. С. 22–38.
9. Бакуменко Т.Т. Каталитические свойства веществ. Киев: Наукова думка, 1968. 1464 с.
10. Внуков А.А., Демченко Е.И. Особенности получения медных электролитических порошков с повышенным содержанием в них нанодисперсий // *Вестник*

- Харьковского национального автомобильно-дорожного университета. 2010. № 51. С. 4–8.
11. Тесакова М.В., Парфенюк В.И. Влияние материала анода на состав и размерные характеристики наноразмерных медьсодержащих порошков, полученных электрохимическим методом // *Электронная обработка материалов*. 2010. № 5. С. 11–16.
  12. Викарчук А.А., Воленко А.П. Пентагональные кристаллы меди: многообразие форм роста и особенности внутреннего строения // *Физика твердого тела*. 2005. Т. 47. № 2. С. 339–344.
  13. Овечкина Т.А., Грызунова Н.Н., Викарчук А.А. Физические основы получения сферических микрочастиц с полостью внутри на основе меди // *Научный вестник*. 2016. № 1. С. 168–173.
  14. Овечкина Т.А., Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Грызунов А.М., Денисова А.Г. Особенности поведения электролитических медных порошков различных морфологических форм в температурных полях // *Письма о материалах*. 2017. Т. 7. № 2. С. 120–124.
  15. Викарчук А.А., Грызунова Н.Н., Денисова Д.А., Довженко О.А., Тюрков М.Н., Цыбускина И.И., Ясников И.С. Новые металлические функциональные материалы, состоящие из пентагональных частиц, кристаллов и трубок. Ч. I. Механизмы образования и особенности строения пентагональных частиц и кристаллов // *Журнал функциональных материалов*. 2008. № 5. С. 163–174.
  16. Абрамова А.Н., Викарчук А.А. Эволюция структуры икосаэдрических малых частиц в температурных полях // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2013. № 3. С. 105–107.
  17. Yasnikov I.S., Vikarchuk A.A. Thermodynamics of cavity formation in pentagonal crystals during electrodeposition of copper // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2005. Т. 69. № 9. P. 1548–1553.
  18. Love C.J., Smith J.D., Cui Y.H., Varanasi K.K. Size-dependent thermal oxidation of copper: single-step synthesis of hierarchical nanostructures // *Nanoscale*. 2011. Vol. 3. P. 4972–4976.
  19. Nerle U., Rabinal M.K. Thermal Oxidation of Copper for Favorable Formation of Cupric Oxide (CuO) Semiconductor // *IOSR Journal of Applied Physics*. 2013. Vol. 5. P. 01–07.
  20. Ясников И.С., Викарчук А.А. Образование полостей в икосаэдрических малых частицах, формирующихся в процессе электрокристаллизации металла // *Письма в Журнал технической физики*. 2007. Т. 33. № 19. С. 24–31.
  21. Викарчук А.А. Нанообъекты, наноматериалы и микроизделия из них, полученные методом электроосаждения металла // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2009. № 1. С. 7–15.
  3. Kulakova I.I., Lisichkin G.V. *Kataliticheskaya khimiya. Osnovy kataliza* [Catalytic Chemistry. Basics of catalysis]. Moscow, MGU Publ., 2014. Ch. 1, 112 p.
  4. Hamid M.Y., Ehab A. The Adsorption and Decomposition of Formic Acid on Cu{100} and Cu{100}Pt Surfaces using Temperature Programmed Reaction Spectroscopy. *Indian Journal of Science and Technology*, 2014, vol. 7, pp. 7371–7401.
  5. Matthew D.M., Colin J.M. A Microscopic View of the Active Sites for Selective Dehydrogenation of Formic Acid on Cu (111). *ACS Catalysis*, 2015, vol. 5, pp. 1916–1924.
  6. Xin Chen, Lihua Jia. Solvothermal synthesis of copper (I) chloride microcrystals with different morphologies as copper-based catalysts for dimethyldichlorosilane synthesis. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2013, vol. 404, pp. 16–23.
  7. Marks L.D., Peng L. Nanoparticle shape, thermodynamics and kinetics. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2016, vol. 28, no. 5, pp. 053001.
  8. Narochnyy G.B., Yakovenko R.E., Savostyanov A.P. The study of heat-transfer process in tubular reactor within the conditions of intense hydrocarbon synthesis from CO and H<sub>2</sub>. *Inzhenernyy vestnik Dona*, 2015, no. 4, pp. 22–38.
  9. Bakumenko T.T. *Kataliticheskie svoystva veshchestv* [Catalytic properties of substances]. Kiev, Naukova dumka Publ., 1968. 1464 p.
  10. Vnukov A.A., Demchenko E.I. Regularities of electrolytic copper powders with higher content of nanofraction. *Vestnik Kharkovskogo natsionalnogo avtomobilno-dorozhnogo universiteta*, 2010, no. 51, pp. 4–8.
  11. Tesakova M.V., Parfenyuk V.I. Effect of the anode material on the composition and dimensional characteristics of the nano-sized copper-bearing powders produced by the electrochemical method. *Surface Engineering and Applied Electrochemistry*, 2010, vol. 46, no. 5, pp. 400–405.
  12. Vikarchuk A.A., Volenko A.P. Pentagonal copper crystals: Various growth shapes and specific features of their internal structure. *Physics of the Solid State*, 2005, vol. 47, no. 2, pp. 352–356.
  13. Ovechkina T.A., Gryzunova N.N., Vikarchuk A.A. The physical basis of spherical microparticles with a cavity inside a copper-based. *Nauchnyy vestnik*, 2016, no. 1, pp. 168–173.
  14. Ovechkina T.A., Gryzunova N.N., Vikarchuk A.A., Gryzunov A.M., Denisova A.G. Specific behavior of electrolytic copper powders of different morphological forms in temperature fields. *Pisma o materialakh*, 2017, vol. 7, no. 2, pp. 120–124.
  15. Vikarchuk A.A., Gryzunova N.N., Denisova D.A., Dovzhenko O.A., Tyurkov M.N., Tsybuskina I.I., Yasnikov I.S. New metal functional materials consisting of pentagonal particles, crystals and tubes. P. 1. Mechanisms of formation and peculiarities of the structure of pentagonal particles and crystals. *Zhurnal funktsionalnykh materialov*, 2008, no. 5, pp. 163–174.
  16. Abramova A.N., Vikarchuk A.A. Technical sciences structure evolution of small icosahedral particles in temperature fields. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2013, no. 3, pp. 105–107.

## REFERENCES

1. Odintsov A.A., Sergeev M.O., Revin A.A., Boeva O.A. Adsorptive properties and catalytic activity of gold nanoparticles, prepared in reverse micelles. *Uspekhi v khimii i khimicheskoy tekhnologii*, 2013, vol. 27, no. 6, pp. 75–79.
2. Fomina L.V. *Kataliz i katalizatory* [Catalysis and catalysts]. Barnaul, Alt. un-t Publ., 2014. 208 p.

17. Yasnikov I.S., Vikarchuk A.A. Thermodynamics of cavity formation in pentagonal crystals during electrodeposition of copper. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2005, vol. 69, no. 9, pp. 1548–1553.
18. Love C.J., Smith J.D., Cui Y.H., Varanasi K.K. Size-dependent thermal oxidation of copper: single-step synthesis of hierarchical nanostructures. *Nanoscale*, 2011, vol. 3, pp. 4972–4976.
19. Nerle U., Rabinal M.K. Thermal Oxidation of Copper for Favorable Formation of Cupric Oxide (CuO) Semiconductor. *IOSR Journal of Applied Physics*, 2013, vol. 5, pp. 01–07.
20. Yasnikov I.S., Vikarchuk A.A. The formation of cavities in icosahedral small particles formed in the process of metal electrocrystallization. *Pisma v Zhurnal tekhnicheskoy fiziki*, 2007, vol. 33, no. 19, pp. 24–31.
21. Vikarchuk A.A. Nanoobjects, nanomaterials and micro-products based on them, made by the method of electrodeposition of a metal. *Vektor nauki Tolyatinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2009, no. 1, pp. 7–15.

## THE STUDY OF COPPER POWDERS OF VARIOUS MORPHOLOGICAL FORMS IN TEMPERATURE FIELDS

© 2017

*T.A. Borgardt*, engineer of research unit NIO-3 “Nanocatalysts and functional materials”

*N.N. Gryzunova*, PhD (Physics and Mathematics),

Associate Professor, leading researcher of research unit NIO-3 “Nanocatalysts and Functional Materials”

*Togliatti State University, Togliatti (Russia)*

*Keywords:* copper; copper powder; icosahedral small particles; heat treatment; differential scanning calorimetry.

*Abstract:* It is known that the catalytic activity of the same substance can vary significantly depending on the structure of its surface. It should be noted that many catalytic reactions occur at elevated temperatures. Therefore, the catalysts having “soft” metals (Cu, Zn, Au, Ag, Mg, etc.) as their active components with the specific internal structure and surface morphology have strong temperature limitation for use. The copper-based catalysts are widely used in the synthesis of various chemicals, in particular in the synthesis of aniline. In this paper, the authors give the comparative analysis of the temperature fields impact on the copper powders with the particles of roughly the same sizes, but with different internal structure and surface morphology. The electrolytic copper powders of four types were compared. The first type was represented by the crystals with the FCC-lattice; the particles of second and third types had the form of icosahedra (but of different surface morphology), six symmetry axes of the fifth order and were faceted by the crystal planes of {111} type. The fourth powder was represented by the large formations consisting of copper crystals of spherical shape. It is shown that particles with different initial internal structure and surface morphology suffer similar changes in the process of annealing in the air: agglomerating, whiskers growth in the oxidation process, the formation of cavities inside and the pores on the surface. However, for the icosahedral copper particles, the increased discharge of stored energy is observed when heated in the differential scanning calorimeter (DSC), which activates and accelerates the course of structural-phase transformations within the particles.

## НАПРЯЖЕННО-ДЕФОРМИРОВАННОЕ СОСТОЯНИЕ УПРУГОГО ТЕЛА С ПОЧТИ КРУГОВЫМ ВКЛЮЧЕНИЕМ ПРИ УЧЕТЕ МЕЖФАЗНОГО НАПРЯЖЕНИЯ

© 2017

*А.Б. Вакаева*, ассистент кафедры «Вычислительные методы механики деформируемого тела»  
Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург (Россия)

**Ключевые слова:** почти круговое включение; метод возмущений; интегральное уравнение; концентрация напряжений; межфазное напряжение; комплексные потенциалы.

**Аннотация:** В современной промышленности для изготовления различных элементов конструкций широко применяются композитные материалы, содержащие вырезы и инородные включения. Чтобы обеспечить прочность и надежность работы конструкции, необходимо детально изучить распределение напряжений, возникающих в ней в результате силовых воздействий. Относительно круговых отверстий и включений, на практике не существует идеальных окружностей, и данный факт следует учитывать при расчете. В случае, когда форма границы мало отличается от круговой, для решения задачи можно применить приближенный аналитический метод, именуемый методом возмущений.

Рассматривается плоская задача об определении напряженно-деформированного состояния упругого тела с включением нанометрового размера при действии нагрузки на бесконечности с учетом межфазного напряжения. В отличие от построенных ранее методов решения подобных задач, в которых использовалось конформное отображение, в данном случае считается, что граница включения мало отличается от окружности и определяется произвольной функцией. Предполагается, что тело находится в однородном поле напряжений. На границе контакта двух сред выполнены условия идеального сцепления. Для решения задачи используется поверхностная теория упругости Гертена – Мердока. Методом возмущений решение задачи сводится к однотипному сингулярному интегро-дифференциальному уравнению в каждом приближении, относительно неизвестного межфазного напряжения. Решение интегрального уравнения представляется в виде степенного ряда относительно коэффициентов разложения межфазного напряжения по степеням малого параметра. В первом приближении получено решение для почти кругового включения, граница которого отклоняется от окружности в радиальном направлении по косинусоидальному закону. При помощи программного пакета построены графические зависимости максимального окружного напряжения от радиуса базового кругового включения при одноосном растяжении для включения и матрицы. Продемонстрирован размерный эффект, т. е. влияние размера нановключения на напряженное состояние вблизи включения.

### ВВЕДЕНИЕ

Характерными концентраторами напряжений в материалах и элементах приборов и конструкций являются различного рода отверстия или включения (группы отверстий или включений). Так, на границе кругового отверстия при одноосном растяжении (задача Кирша) возникают напряжения, в три раза превышающие приложенную нагрузку. Однако на практике отверстие считается круговым с некоторой погрешностью, что затрудняет поиск точного решения. Подобное изменение формы поверхности может происходить, например, под воздействием агрессивных сред [1–3], а также ввиду рассогласования кристаллических решеток в материалах [4; 5].

Аналитический метод возмущения границы служит альтернативой конформному отображению для почти круговых отверстий. Для задач с включением решение не может быть получено с помощью конформного отображения, поскольку конформное отображение можно найти либо только для матрицы, либо только для включения. В связи с этим целесообразно применение метода возмущений, который включает в себя математические методы, используемые для нахождения приближенного решения.

Бурное развитие нанотехнологий привело к созданию приборов, элементы которых имеют нанометровый размер (от одного до нескольких десятков нанометров). Обнаружено, что по мере уменьшения размеров деформируемых тел до нанометрового диапазона начинают

проявляться масштабные эффекты их механического поведения. В первую очередь это связано с тем, что физико-механические свойства приповерхностных слоев существенно отличаются от аналогичных свойств в глубине тела [6]. На макроуровне это различие практически не отражается на свойствах и поведении всего тела в целом. Однако в случае наноразмерных структур это различие проявляется, в частности, в заметном влиянии поверхностных напряжений на физические свойства материала.

Состояние поверхности во многих микроэлектронных и оптических устройствах имеет первостепенное значение, особенно на наноструктурном уровне. Не меньшее значение имеет состояние межзеренной границы в кристаллических материалах. На макроуровне влияние слабого искривления границы дефекта на напряженно-деформированное состояние тела было рассмотрено в работе [7].

Для объяснения поверхностных явлений М.Э. Гертена и А.И. Мердока [8] разработали поверхностную теорию упругости, в основе которой лежит понятие поверхностной энергии и поверхностного напряжения, введенное Дж. Гиббсом [9]. В рамках этой теории поверхность твердого тела моделируется как мембрана, когерентно соединенная с основным материалом и обладающая упругими свойствами, отличными от него. Упомянутая теория была подтверждена с помощью метода молекулярной динамики [10], что позволило развить подход, описывающий деформируемое тело как

многоуровневую систему, где поверхностные слои рассматриваются как отдельные подсистемы, обладающие физико-механическими свойствами, отличными от основного материала объемной части. Кроме того, свойства поверхности являются причиной размерных эффектов (size effect), т. е. зависимости уникальных механических свойств материала от параметра размерности длины [11].

В работе [12] для задачи об упругом бесконечном теле при плоской деформации применен метод возмущения границы, позволяющий оценить влияние отклонения границы от окружности на напряженно-деформированное состояние вблизи включения и, в частности, на концентрацию напряжений. В общем случае разработан алгоритм нахождения любого приближения и приведены формулы, по которым это приближение может быть найдено.

Цель работы – исследование напряженного состояния упругого тела с почти круговым нановключением, на границе которого действует межфазное напряжение.

### ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Рассмотрим упругую плоскость комплексного переменного  $z=x_1+ix_2$  с включением нанометрового размера, форма которого мало отличается от круга радиуса  $a$ . Пусть матрице соответствует область  $\Omega_1$ , включению –  $\Omega_2$ . Упругие свойства каждой области  $\Omega_k, k=1, 2$ , определяются коэффициентом Пуассона  $\nu_k$  и модулем сдвига  $\mu_k$ . Общая граница  $\Gamma$  представляется в виде:

$$z \equiv \zeta = \exp(i\theta)\rho = a(1 + \varepsilon f(\theta))\exp(i\theta),$$

где  $f(\theta)$  – непрерывно дифференцируемая функция, удовлетворяющая условию  $|f| \leq 1$ ;

$\varepsilon$  – малый параметр, характеризующий максимальное отклонение границы включения от окружности радиуса  $a$ ,  $\varepsilon \ll 1$ .

Предполагаем, что на межфазной границе контакта двух сред  $\Gamma$  отсутствуют разрывы перемещений, а скачок напряжений  $\sigma^k (k=1, 2)$  будем определять через межфазное напряжение  $\tau$ , используя обобщенный закон Лапласа – Юнга [13; 14]. Условия контакта имеют вид:

$$\Delta \sigma_n(\zeta) = \sigma_n^+ - \sigma_n^- = \frac{\tau}{R} - i \frac{1}{h} \frac{d\tau}{d\theta} \equiv t^s(\zeta), \quad (1)$$

$$\Delta u(\zeta) = u^+ - u^- = 0. \quad (2)$$

Считаем, что на границе  $\Gamma$  действуют нормальные  $\sigma_{nn}$  и касательные  $\sigma_{nt}$  усилия в локальной декартовой прямоугольной системе координат  $n, t$  (в уравнениях (1), (2) ось  $n$  перпендикулярна  $\Gamma$ ). Эти усилия определяются действием межфазного напряжения  $\tau$ , характерного для наномасштабных структур, отнесенного к радиусу  $a$ .

$$u = u_1 + iu_2;$$

$u_1, u_2$  – компоненты вектора перемещений;

$h$  – метрический коэффициент;

$R$  – радиус кривизны.

В формулах (1), (2) введены обозначения:  $\sigma_n^\pm = \lim_{z \rightarrow \zeta \in \Gamma} \sigma_n(z)$ ,  $u^\pm = \lim_{z \rightarrow \zeta \in \Gamma} u(z)$ . Знак « $\leftarrow$ » берется при  $z \in \Omega_1$ , а « $\rightarrow$ » – при  $z \in \Omega_2$ .

На рис. 1 кривая построена при  $f(\theta) = \cos 2\theta$ , ее максимальное отклонение от единичной окружности  $\varepsilon = 0,1$ . Данная функция используется в работе для получения численных результатов.

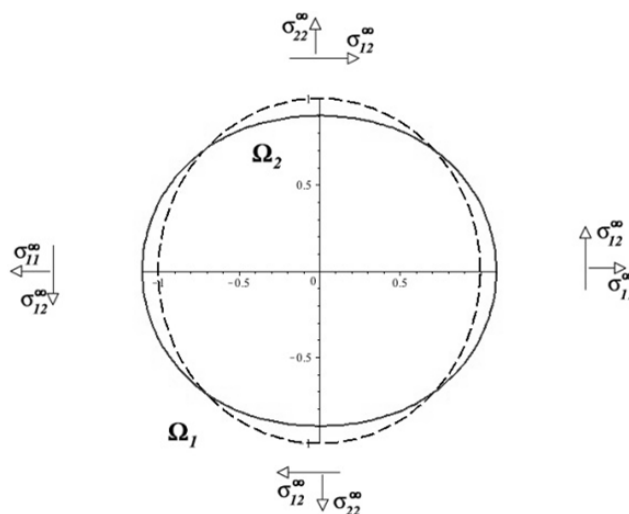


Рис. 1. Почти круговое включение (сплошная линия) в бесконечной упругой пластине под действием усилий на бесконечности ( $\varepsilon = 0,1$ )

На бесконечности заданы напряжения  $\sigma_{ij}^\infty$  и угол поворота  $\omega^\infty$ . Для случая плоской деформации определяющие соотношения поверхностной и объемной теории упругости, согласно [8; 14], можно записать в следующем виде:

$$\tau = \gamma_0 + (\lambda_s + 2\mu_s)\varepsilon_{tt}^s, \quad \sigma_{33}^s = \gamma_0 + (\lambda_s + \gamma_0)\varepsilon_{tt}^s, \quad (3)$$

$$\sigma_{nn} = (\lambda + 2\mu)\varepsilon_{nn} + \lambda\varepsilon_{tt}, \quad \sigma_{nt} = (\lambda + 2\mu)\varepsilon_{nt} + \lambda\varepsilon_{nn}. \quad (4)$$

В равенствах (3), (4) величина  $\gamma_0$  – остаточное поверхностное напряжение, которое действует при отсутствии деформаций;

$\varepsilon_{tt}^s$  – окружная поверхностная деформация;

$\lambda_s$  и  $\mu_s$  – модули поверхностной упругости, аналогичные постоянным Ламе  $\lambda$  и  $\mu$  для объемной изотропной упругости;

$\varepsilon_{ij}$  – компоненты объемной деформации.

Из условия непрерывности перемещений при переходе от  $\Omega_1$  и  $\Omega_2$  к границе  $\Gamma$  получим условие непрерывности деформации  $\varepsilon_{tt}$ :

$$\lim_{z \rightarrow \zeta} \varepsilon_{tt}^k = \varepsilon_{tt}^s, \quad k = 1, 2.$$

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Методы и подходы к решению поставленной задачи представляют собой сочетание классических и современных методов, применяемых в теории упругости. Теоретические выкладки и исследования основаны на использовании аппарата теории аналитических функций, соотношений объемной и поверхностной теории упругости, комплексных потенциалов Гурса – Колосова, соотношений Колосова – Мусхелишвили [15], метода

возмущений, интегралов типа Коши, численных методов решения сингулярных интегро-дифференциальных уравнений.

Согласно [16], для каждой области  $\Omega_k$  связь напряжений и перемещений с комплексными потенциалами  $\Phi_k(z)$ ,  $Y_k(z)$  может быть записана в виде единой формулы:

$$\sigma_n^k(z) = \Phi_k(z) + \overline{\Phi_k(z)} + \left[ \frac{1}{z^2} \left( \overline{\Phi_k(z)} + Y_k\left(\frac{1}{z}\right) \right) + \left( z - \frac{1}{z} \right) \overline{\Phi_k'(z)} \right] \frac{dz}{z}$$

где  $z \in \Omega_k$ ;  
 $dz = |dz|e^{i\theta}$ ;

$\alpha$  – угол между площадкой и осью  $x_1$ .

Функции  $\Phi_k(z)$ ,  $k=1, 2$ , голоморфны в соответствующих областях  $\Omega_k$ ,  $Y_k(z)$  – в областях  $\tilde{\Omega}_k(z) = \left\{ z : z^{-1} \in \Omega_k \right\}$

с границей  $\Gamma_1$ , которая симметрична кривой  $\Gamma$  относительно единичной окружности.

В силу того, что форма границы зависит от малого параметра  $\varepsilon$ , комплексные потенциалы  $\Phi_k(z)$ ,  $Y_k(z)$  и функция  $\tau$  также должны зависеть от этого параметра, и, следовательно, их можно представить в виде сходящихся степенных рядов по  $\varepsilon$ , согласно методу возмущений [7; 17–19]. Используя упомянутые методы и подходы, решение задачи сводим к системе сингулярных интегро-дифференциальных уравнений относительно функций  $\tau_n$  [17; 19–21]:

$$\tau_n(s) + \frac{M(\kappa+1)}{2a-M(\kappa-1)} \times \times \Re \left( \frac{1}{2\pi i} \int_{|\eta|=1} \frac{\tau_n(\eta) + \eta \tau_n'(\eta)}{\eta-s} d\eta \right) = G_n(s)$$

где  $s=e^{i\theta}$ ;

$M=(\lambda_s+2\mu_s)/2\mu$ ;

$\kappa=(\lambda+3\mu)/(\lambda+\mu)$ ;

$G_n$  – известная функция, зависящая от предыдущих приближений.

Следуя алгоритму решения интегрального уравнения, межфазное напряжение ищем в виде степенного ряда с неизвестными коэффициентами. Коэффициенты межфазного напряжения в первом приближении будут зависеть от результатов нулевого приближения.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

На рис. 2 построены зависимости максимального значения окружного напряжения  $\sigma_{\theta\theta}^s$  ( $k=1, 2$ ) от радиуса  $a$  при одноосном растяжении  $\sigma_{22}^\infty$  вдоль оси  $x_2$  при  $\theta=0$ . Здесь введено обозначение для коэффициента концентрации напряжений  $S = \max \sigma_{\theta\theta}^k / \sigma_{22}^\infty$ . Исследования проведены для алюминия [14], упругие свойства поверхности которого определяются либо значением  $M=-0,152$  нм (на рис. 2 кривые 1 и 4), либо  $M=0,1$  нм (на рис. 2 кривые 2 и 5). На рис. 2 кривые 1–3 соответствуют максимальному значению окружного напряжения в матрице, а кривые 4–6 – максимальному значению окружного напряжения во включении. Численные результаты получены для различных значений параметра  $m=\mu_2/\mu_1$ .

Анализ зависимостей на рис. 2 показывает, что для более мягкого почти кругового включения (при  $m<1$ ) концентрация напряжений во включении и в матрице больше, чем в случае кругового включения, соответствующего нулевому приближению. В то же время концентрация напряжений в матрице больше, чем во включении (рис. 2 а). В случае, когда включение более жесткое, чем матрица ( $m>1$ ), результаты противоположны (рис. 2 б).

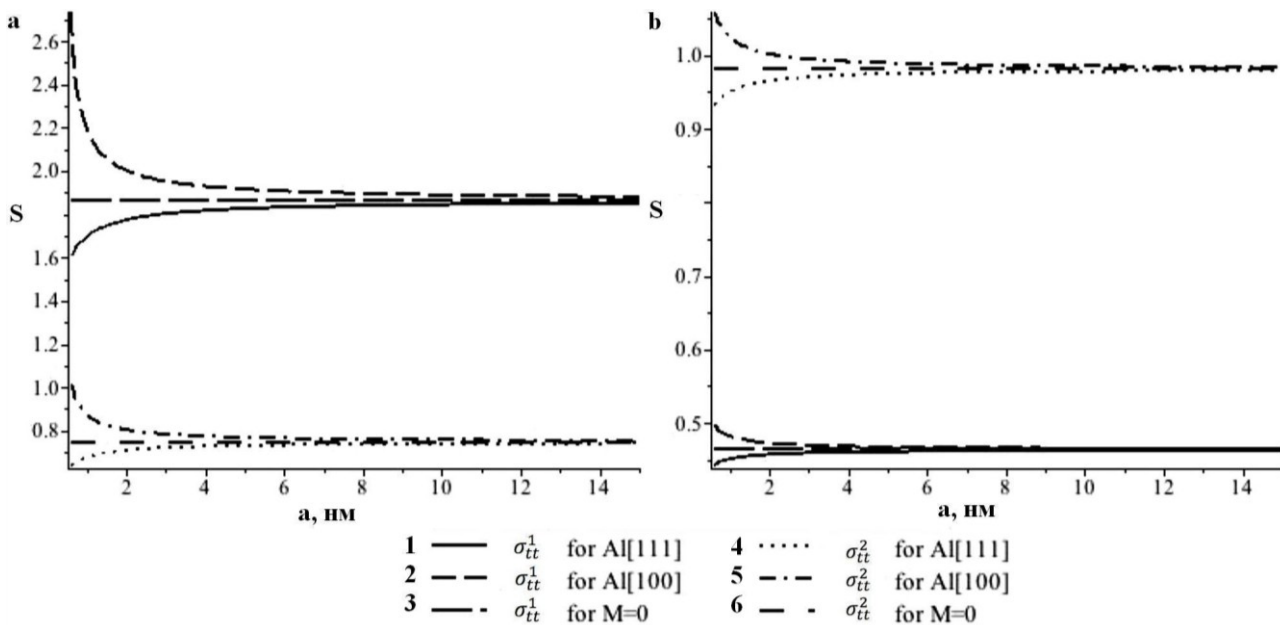


Рис. 2. Зависимость максимального окружного напряжения  $\sigma_{\theta\theta}^k$  от радиуса базового кругового включения  $a$  для функции  $f(\theta)=\cos 2\theta$  при  $\varepsilon=0,1$ ,  $m=1/3$  (а);  $m=10/3$  (б)

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В работе проанализирована математическая модель упругого материала с наноразмерным включением. В частности:

1) для задачи об упругом теле с почти круговым наноразмерным включением при плоской деформации на основе метода возмущений построено аналитическое приближенное решение, позволяющее оценить влияние погрешности на напряженное состояние вблизи включения;

2) разработан алгоритм составления последовательности интегральных уравнений для вычисления неизвестного межфазного напряжения в каждом приближении;

3) численные результаты получены в первом приближении для почти кругового нановключения, граница которого задана по косинусоидальному закону;

4) при помощи программного пакета построены графики зависимостей максимального значения окружного напряжения от радиуса базового кругового включения в матрице и во включении для различных материалов;

5) исследовано влияние межфазных эффектов вблизи концентраторов напряжений в виде почти круговых включений различной формы. Так, с уменьшением радиуса  $a$  при  $M > 0$  максимальные значения окружного напряжения неограниченно убывают, а при  $M < 0$  – возрастают. Таким образом, продемонстрирован размерный эффект, характерный для наноструктурированных материалов.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Стоит отметить, что представленные результаты являются новыми и несут важный, как прикладной, так и теоретический характер. Построенные аналитические решения для упругих тел с наноразмерными включениями при учете межфазного напряжения позволяют формулировать и решать широкий класс задач об определении напряженно-деформированного состояния тела при различных видах нагрузки. Решения таких задач могут быть полезными при проектировании и эксплуатации приборов микро- и оптоэлектроники с улучшенными рабочими характеристиками. Разработанные методы решения задач могут использоваться в том числе и для оценки прочности и надежности изделий промышленности. Изучив влияние рассмотренных параметров на концентрацию напряжений, можно оценить долговечность при конструировании разнообразных деталей, а также составить прогноз поведения используемого материала в интересующих условиях эксплуатации.

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Sedova O.S., Pronina Y.G. Initial boundary value problems for mechanochemical corrosion of a thick spherical member in terms of principal stress // AIP Conference Proceedings. 2015. Vol. 1648. P. 260002.
2. Sedova O.S., Pronina Yu.G. Calculation of the optimal initial thickness of a spherical vessel operating in mechanochemical corrosion conditions // Proceedings

- of the 2015 International Conference “Stability and Control Processes” in Memory of V.I. Zubov. St. Petersburg, 2015. P. 436–439.
3. Pronina Y.G. An analytical solution for the mechanochemical growth of an elliptical hole in an elastic plane under a uniform remote load // European Journal of Mechanics, A/Solids. 2017. Vol. 61. P. 357–363.
4. Шувалов Г.М., Костырко С.А. Влияние формы возмущения на морфологическую устойчивость поверхности многослойного пленочного покрытия при поверхностной диффузии // Процессы управления и устойчивость. 2016. Т. 3. № 1. С. 301–305.
5. Шувалов Г.М., Костырко С.А. Второе приближение метода возмущений в задаче о твердом теле со слабо искривленной границей // Процессы управления и устойчивость. 2017. Т. 4. № 1. С. 256–260.
6. Подстригач Я.С., Повстенко Ю.З. Введение в механику поверхностных явлений в деформируемых твердых телах. Киев: Наукова думка, 1985. 200 с.
7. Вакаева А.Б., Греков М.А. Исследование напряженно-деформированного состояния упругого тела с почти круговыми дефектами // Процессы управления и устойчивость. 2014. Т. 1. № 1. С. 111–116.
8. Gurtin M.E., Murdoch A.I. Surface stress in solids // International Journal of Solid Structures. 1978. Vol. 14. № 6. P. 431–440.
9. Gibbs J.W. The Scientific Papers of J. Willard Gibbs. Vol. 1. London: Longmans-Green, 1906. 476 p.
10. Miller R.E., Shenoy V.B. Size-dependent elastic properties of nanosized structural elements // Nanotechnology. 2000. Vol. 11. № 3. P. 139–147.
11. Гольдштейн Р.В., Городцов В.А., Устинов К.Б. Влияние остаточных поверхностных напряжений и поверхностной упругости на деформирование шарообразных включений нанометровых размеров в упругой матрице // Физическая мезомеханика. 2010. Т. 13. № 5. С. 127–138.
12. Grekov M.A., Vakaeva A.B. The perturbation method in the problem on a nearly circular inclusion in an elastic body // Proceedings of the 7th International Conference on Coupled Problems in Science and Engineering (Coupled Problems 2017). Rhodes, 2017. P. 963–971.
13. Vikulina Yu.I., Grekov M.A. The stress state of planar surface of a nanometer-sized elastic body under periodic loading // Vestnik St. Petersburg University: Mathematics. 2012. Vol. 45. № 4. P. 174–180.
14. Grekov M.A., Yazovskaya A.A. The effect of surface elasticity and residual surface stress in an elastic body with an elliptic nanohole // Journal of Applied Mathematics and Mechanics. 2014. Vol. 78. № 2. P. 172–180.
15. Мухелишвили Н.И. Некоторые основные задачи математической теории упругости. М.: Наука, 1966. 707 с.
16. Grekov M.A. Joint deformation of a circular inclusion and a matrix // Vestnik St. Petersburg University: Mathematics. 2010. Vol. 43. № 2. P. 114–121.
17. Вакаева А.Б., Греков М.А. Напряженно-деформированное состояние упругого тела с почти круговым отверстием при учете поверхностного напряжения // Процессы управления и устойчивость. 2015. Т. 2. № 1. С. 125–130.
18. Kostyrko S.A., Shuvalov G.M. Morphological stability of during diffusion processes // Proceedings of the 2015

- International Conference “Stability and Control Processes” in Memory of V.I. Zubov. St. Petersburg, 2015. P. 392–395.
19. Вакаева А.Б. Эффект поверхностных напряжений и формы нанометрового рельефа поверхности отверстия в упругом теле // Процессы управления и устойчивость. 2016. Т. 3. № 1. С. 154–158.
  20. Grekov M.A., Vakaeva A.B. Effect of nanosized asperities at the surface of a nanohole // Proceedings of the 7th European Congress on Computational Methods in Applied Science and Engineering. 2016. Vol. 4. P. 7875–7885.
  21. Kostyrko S.A., Altenbach H., Grekov M.A. Stress concentration in ultra-thin coating with undulated surface profile // Proceedings of the 7th International Conference on Coupled Problems in Science and Engineering (Coupled Problems 2017). Rhodes, 2017. P. 1183–1192.
- REFERENCES**
1. Sedova O.S., Pronina Y.G. Initial boundary value problems for mechanochemical corrosion of a thick spherical member in terms of principal stress. *AIP Conference Proceedings*, 2015, vol. 1648, pp. 260002.
  2. Sedova O.S., Pronina Yu.G. Calculation of the optimal initial thickness of a spherical vessel operating in mechanochemical corrosion conditions. *Proceedings of the 2015 International Conference “Stability and Control Processes” in Memory of V.I. Zubov*. St. Petersburg, 2015, pp. 436–439.
  3. Pronina Y.G. An analytical solution for the mechanochemical growth of an elliptical hole in an elastic plane under a uniform remote load. *European Journal of Mechanics, A/Solids*, 2017, vol. 61, pp. 357–363.
  4. Shuvalov G.M., Kostyrko S.A. Effect of perturbation from on morphological stability of multilayer film surface during surface diffusion. *Protsessy upravleniya i ustoychivost’*, 2016. vol. 3, no. 1, pp. 301–305.
  5. Shuvalov G.M., Kostyrko S.A. Second-order perturbation method for elastic solid with slightly curved boundary. *Protsessy upravleniya i ustoychivost’*, 2017, vol. 4, no. 1, pp. 256–260.
  6. Podstrigach Ya.S., Povstenko Yu.Z. *Vvedenie v mekhaniku poverkhnostnykh yavleniy v deformiruemyykh telakh* [An introduction to the mechanics of surface phenomena in deformable solids]. Kiev, Naukova dumka Publ., 1985. 200 p.
  7. Vakaeva A.B., Grekov M.A. Investigation of the stress-strain state of an elastic body with almost circular defects. *Protsessy upravleniya i ustoychivost’*, 2014, vol. 1, no. 1, pp. 111–116.
  8. Gurtin M.E., Murdoch A.I. Surface stress in solids. *International Journal of Solid Structures*, 1978, vol. 14, no. 6, pp. 431–440.
  9. Gibbs J.W. *The Scientific Papers of J. Willard Gibbs*. Vol. 1. London, Longmans-Green, 1906. 476 p.
  10. Miller R.E., Shenoy V.B. Size-dependent elastic properties of nanosized structural elements. *Nanotechnology*, 2000, vol. 11, no. 3, pp. 139–147.
  11. Goldstein R.V., Gorodtsov V.A., Ustinov K.B. Effect of residual surface stress and surface elasticity on deformation of nanometer spherical inclusions in an elastic matrix. *Physical Mesomechanics*, 2010, vol. 13, no. 5-6, pp. 318–328.
  12. Grekov M.A., Vakaeva A.B. The perturbation method in the problem on a nearly circular inclusion in an elastic body. *Proceedings of the 7th International Conference on Coupled Problems in Science and Engineering (Coupled Problems 2017)*. Rhodes, 2017, pp. 963–971.
  13. Vikulina Yu.I., Grekov M.A. The stress state of planar surface of a nanometer-sized elastic body under periodic loading. *Vestnik St. Petersburg University: Mathematics*, 2012, vol. 45, no. 4, pp. 174–180.
  14. Grekov M.A., Yazovskaya A.A. The effect of surface elasticity and residual surface stress in an elastic body with an elliptic nanohole. *Journal of Applied Mathematics and Mechanics*, 2014, vol. 78, no. 2, pp. 172–180.
  15. Muskhelishvili N.I. *Nekotorye osnovnye zadachi matematicheskoy teorii uprugosti* [Some basic problems of the mathematical theory of elasticity]. Moscow, Nauka Publ., 1966. 707 p.
  16. Grekov M.A. Joint deformation of a circular inclusion and a matrix. *Vestnik St. Petersburg University: Mathematics*, 2010, vol. 43, no. 2, pp. 114–121.
  17. Vakaeva A.B., Grekov M.A. Stress-strain state of an elastic body with a nearly circular hole incorporating surface stress. *Protsessy upravleniya i ustoychivost’*, 2015, vol. 2, no. 1, pp. 125–130.
  18. Kostyrko S.A., Shuvalov G.M. Morphological stability of during diffusion processes. *Proceedings of the 2015 International Conference “Stability and Control Processes” in Memory of V.I. Zubov*. St. Petersburg, 2015, pp. 392–395.
  19. Vakaeva A.B. Effect of surface stresses and the shape of nanometer surface relief of a hole in an elastic body. *Protsessy upravleniya i ustoychivost’*, 2016, vol. 3, no. 1, pp. 154–158.
  20. Grekov M.A., Vakaeva A.B. Effect of nanosized asperities at the surface of a nanohole. *Proceedings of the 7th European Congress on Computational Methods in Applied Science and Engineering*. Crete, 2016, vol. 4, pp. 7875–7885.
  21. Kostyrko S.A., Altenbach H., Grekov M.A. Stress concentration in ultra-thin coating with undulated surface profile. *Proceedings of the 7th International Conference on Coupled Problems in Science and Engineering (Coupled Problems 2017)*. Rhodes, 2017, pp. 1183–1192.



**STRESS-STRAIN STATE OF AN ELASTIC BODY  
WITH A NEARLY CIRCULAR INCLUSION INCORPORATING INTERFACIAL STRESS**

© 2017

*A.B. Vakaeva*, assistant of Chair “Computational Methods in Continuum Mechanics”  
*St. Petersburg State University, St. Petersburg (Russia)*

*Keywords:* nearly circular inclusion; perturbation method; integral equation; stress concentration; interfacial stress; complex potentials.

*Abstract:* In modern industry, to produce various structure elements, composite materials containing cutouts and foreign inclusions are widely used. To provide the integrity of a construction, it is necessary to study in details the distribution of stresses occurring in it in the result of force actions. Concerning the circular holes and inclusions, in practice, the ideal circles do not exist, and this fact should be taken into account when calculating. In the case when the boundary form slightly differs from the circular, to solve the problem, it is possible to apply the approximate analytical method that is called the perturbation method.

The plane problem on a nanoinclusion in an infinite elastic body under arbitrary remote loading is considered. It's assumed that the shape of the inclusion is weakly deviated from the circular one and the complementary interfacial stresses are acting at the boundary. In contrast with previously constructed methods for solving such problems, the solution is built without the use of conformal mapping. Contact of the inclusion with the matrix satisfies to the ideal conditions of cohesion. To solve this problem, Gurtin – Murdoch surface elasticity model is used. Based on Goursat – Kolosov complex potentials and the boundary perturbation technique, the solution of the problem is reduced to the singular integro-differential equation for any-order approximation. The algorithm of solving this integral equation is constructed in the form of a power series. The solution in the first-order approximation for the periodic shape of the inclusion determined by the cosine function is obtained. With the help of software package, for the inclusion and the matrix the graphic dependence of maximum hoop stresses upon the radius of basic circular inclusion under uniaxial tension are built. The size effect in the form of the dependence of the stress distribution at the interface on the size of the inclusion is demonstrated.

## О ВЫБОРЕ ГРАНИЧНЫХ УСЛОВИЙ ПРИ КОМПЬЮТЕРНОМ МОДЕЛИРОВАНИИ ФУНКЦИОНАЛЬНО-МЕХАНИЧЕСКОГО ПОВЕДЕНИЯ ПОРИСТЫХ ОБРАЗЦОВ ИЗ СПЛАВА С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

© 2017

*А.Е. Волков*, доктор физико-математических наук, профессор*М.Е. Евард*, кандидат физико-математических наук, доцент*Е.Н. Япарова*, аспирант*Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург (Россия)*

**Ключевые слова:** сплавы с памятью формы; моделирование; пористые материалы.

**Аннотация:** Предложена модель для описания функционально-механического поведения образца из пористого сплава с памятью формы, структурные элементы которого аппроксимированы плоскими прорезными пружинами. Такие пружины, в свою очередь, состоят из балок. В процессе деформирования балки, ориентированные перпендикулярно по отношению к направлению нагружения, вносят основной вклад в макроскопическую деформацию образца.

Исследовано влияние условий закрепления балки на результаты моделирования. Рассмотрены два типа граничных условий: шарнирное опирание и жесткое защемление. В рамках методов сопротивления материалов для указанных видов опор решены задачи статики, найдены напряжения в наиболее напряженном участке и прогибы балок. Для расчета неупругой деформации, возникающей в процессе мартенситного превращения в сплавах с памятью формы, использована микроструктурная модель, позволяющая описывать функциональные свойства этих материалов. Геометрические параметры балок выбраны на основании анализа микрофотографий пористого сплава TiNi.

Выполнено моделирование поведения пористого образца из сплава с памятью формы при изотермическом сжатии при различных температурах, когда сплав с памятью формы находится в аустенитном и мартенситном состояниях. Проведен расчет деформации образца при охлаждении и нагреве под постоянным напряжением, при этом реализуются эффекты пластичности превращения и памяти формы. Показано, что выбор граничных условий имеет существенное значение при расчете поведения пористого сплава с памятью формы. Использование структурных элементов с жесткой заделкой приводит к меньшим напряжениям в моделируемом объекте и позволяет получить лучшее соответствие результатов расчета с экспериментальными данными.

### ВВЕДЕНИЕ

Благодаря своим уникальным свойствам сплавы с памятью формы (далее – СПФ) уже много лет привлекают к себе внимание исследователей в инженерных областях науки [1; 2] и в медицине [3]. Важное место среди этих материалов занимают СПФ с пористой структурой, чьи свойства очень близки к свойствам человеческой костной ткани [4].

Для эффективного использования пористых СПФ необходимо иметь модель, адекватно описывающую их механическое поведение. Практически все имеющиеся в настоящее время работы, посвященные моделированию механического поведения пористых СПФ, ограничены описанием изотермического деформирования и используют макроскопические феноменологические модели деформации СПФ. Д. Лагодас и П. Енчев в работе [5] рассматривали пористый материал как композиционный и использовали методы механики композитов [6–8]. Эти методы ранее использовались Д. Лагодасом и соавторами при описании композитов с неупругим поведением составляющих в работе [9]. В работах [5; 10] пористый СПФ представлен как композит с включениями нулевой жесткости, выполнен расчет деформации цилиндрического образца при изотермическом сжатии и сжатии с одновременным кручением.

Теория эффективного поля Мори-Танаки [11] была использована Чжао и Тайя [12] при расчете поведения пористого образца из СПФ в режиме изотермического сжатия, а также в работе Сю и Дуй [13] при моделировании сжатия образца с пористостью, переменной вдоль радиуса. В работе [14] рассчитаны диаграммы дефор-

мирования пористой ячейки с использованием феноменологической модели, имплементированной в пакет ABAQUS. Благодаря вводу в феноменологическую модель разных значений максимальной обратимой деформации при одноосном растяжении и сжатии М. Равари, М. Кадходаеи удалось описать асимметрию растяжения и сжатия пористых СПФ [15]. В работе А. Ашрафи и Дж. Аргавани [16] феноменологический подход впервые использовался для расчета деформации при нагреве после деформирования в мартенситном состоянии.

Среди подходов к описанию функционально-механических свойств СПФ стоит выделить микроструктурное моделирование, позволяющее учитывать физические механизмы деформирования отдельных структурных элементов. В основе такого подхода лежит гипотеза о многоуровневости развития деформации: макродеформация рассчитывается путем усреднения микродеформаций. Такой метод позволяет рассчитывать деформацию образцов из СПФ при различных термомеханических нагрузках. По-видимому, единственная попытка использования микроструктурной модели для описания поведения пористого СПФ сделана в работе М. Панико и Л.К. Бринсон [17], в которой был выполнен расчет деформации образца при изотермическом циклическом воздействии.

Структура пористых СПФ, как правило, очень сложна и является одним из важнейших факторов, определяющих механическое поведение образцов [18–20]. Таким образом, при моделировании этих материалов необходимо учитывать не только присущие им сложные механизмы неупругой фазовой деформации,

но и особенности пористой структуры. Существующие модели пористых СПФ учитывают это лишь косвенно.

В работах [21–23] предложена модель механического поведения образца из пористого СПФ, позволяющая, основываясь на знании о структуре конкретного образца и используя микроструктурную модель для расчета фазовой деформации СПФ [24], предсказать его поведение в условиях изотермического нагружения. При расчете такой сложной структуры приходится прибегать к определенным упрощениям. Так, в работе [22] структуру пористого образца из сплава TiNi (см. рис. 1), полученного методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза, было предложено аппроксимировать плоскими прорезными пружинами (см. рис. 2). При этом неупругую деформацию, связанную с протеканием в СПФ обратимого мартенситного превращения, рассчитывали с помощью микроструктурной модели [24], позволяющей описывать различные функциональные свойства СПФ. Для того чтобы избежать решения сложной краевой задачи с граничными условиями на свободной поверхности пор, было сделано предположение, что функционально-механическое поведение каждого сегмента перегородок, составляющего структуру пористого тела, определяется поведением его наиболее напряженного участка.

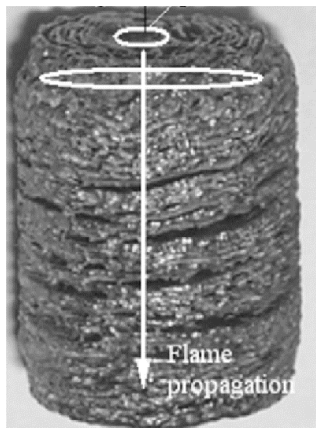


Рис. 1. Продольное сечение образца из сплава TiNi, полученного методом СВС [19]

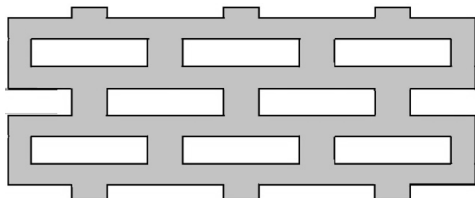


Рис. 2. Плоская прорезная пружина – математический объект, предлагаемый для моделирования пористой структуры

При применении к элементам плоской прорезной пружины элементарной теории балок возникает вопрос

о граничных условиях. В работе [22] считали, что горизонтальные балки, составляющие плоскую прорезную пружину, закреплены шарнирно, что привело к постановке статически определимой задачи. Вместе с тем понятно, что в реальном пористом материале шарниров нет, и излишнее упрощение может привести к существенной погрешности при определении напряжений и деформаций.

Цель настоящей работы – исследование влияния условий закрепления балки на результаты моделирования деформационного поведения образцов из пористого СПФ. Рассмотрены два типа граничных условий: шарнирная опора и жесткая заделка.

### МОДЕЛИРОВАНИЕ ОБРАЗЦА ИЗ ПОРИСТОГО СПФ В СЛУЧАЕ ПРЕДСТАВЛЕНИЯ МЕЖПОРОВЫХ ПЕРЕГОРОДОК КАК «ШАРНИРНО-ОПЕРТЫХ» БАЛОК

Горизонтальная переемычка – основной структурный элемент плоской прорезной пружины, несущий нагрузку, – была аппроксимирована балкой, в центральной части нагруженной распределенной на небольшом участке длины  $a$  нагрузкой интенсивности  $q$ . Балка закреплена шарнирно, для расчета ее напряженно-деформированного состояния была решена статически определимая задача (см. рис. 3).

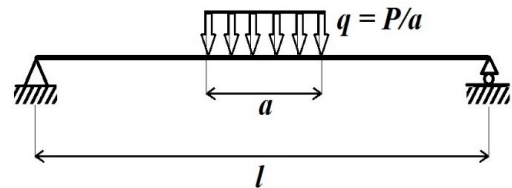


Рис. 3. Схема деформирования балки на шарнирной опоре

Вычисления выполняли пошагово. Предполагали, что в представительном объеме имеются несколько характерных типов балок  $i$ -го типа, размеры которых считали дискретно распределенными величинами со значениями, соответствующими модам реального распределения.

Наибольшее нормальное напряжение в каждой такой балке достигалось в ее центральном сечении и рассчитывалось по формуле сопротивления материалов:

$$\sigma_{\max_i} = \frac{3P \left( l_i - \frac{a_i}{2} \right)}{2b_i h_i^2}, \quad (1)$$

где  $\sigma_{\max}$  – максимальное напряжение в балке;

$l_i$ ,  $b_i$  и  $h_i$  – соответственно, длина, ширина и толщина балки;

$a_i$  – длина участка, на котором распределена нагрузка;  $P=qa_i$  – результирующая сила, действующая на балку.

По заданному приращению силы  $\Delta P$  с помощью формулы (1) вычисляли приращение значения максимального

напряжения  $\Delta\sigma_{\max}$ . Далее при помощи микроструктурной модели [24] определяли приращение деформации балки  $\Delta\varepsilon_i$ . Приращение максимального прогиба  $\Delta w_i$  балки выражали через приращение деформации по формуле, полученной методами сопротивления материалов:

$$\Delta w_i = \frac{\Delta\varepsilon_i(-8l_i^3 + 4l_i a_i^2 - a_i^3)}{24h_i(2l_i - a_i)} \quad (2)$$

Деформацию представительного объема определяли отношением суммарного прогиба к исходной длине образца:

$$E = \frac{\sum_i (w_i)}{\sum_i (h_i + H_i)} \quad (3)$$

где  $H_i$  – размер прорези пружины.

Деформацией сжатия вертикальных элементов пренебрегали, а после касания горизонтальными элементами друг друга приращение деформации образца рассчитывали как приращение деформации в вертикальном стержне при одноосном сжатии.

Эффективное макроскопическое напряжение  $S$  с учетом пористости образца  $p$  определяли следующим образом:

$$S = \frac{P(n-1)^2}{b_{av} h_{av} (n-1+p)^2} \quad (4)$$

где  $n$  – количество перемычек, попадающих на поперечный срез,

$b_{av}$  и  $h_{av}$  – средние значения поперечных размеров балок.

#### МОДЕЛИРОВАНИЕ ПОВЕДЕНИЯ ОБРАЗЦА ИЗ ПОРИСТОГО СПФ ПРИ УСЛОВИИ «ЖЕСТКОЙ ЗАДЕЛКИ» ДЛЯ СТРУКТУРНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

В данном разделе считали, что горизонтальные перемычки, составлявшие плоскую прорезную пружину, закреплены жестко (см. рис. 4). Остальные предположения сохранялись.

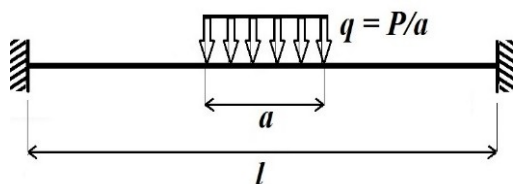


Рис. 4. Схема деформирования балки с жесткой заделкой

Для расчета напряжения была решена статически неопределимая задача. Наибольшее нормальное напряжение, которое достигалось в центральном сечении балки, рассчитывалось аналогично формуле (1) по методам сопротивления материалов

$$\sigma_{\max_i} = \frac{3P \left( l_i - a_i + \frac{a_i^2}{3l_i} \right)}{4b_i h_i^2} \quad (5)$$

При решении задачи была получена формула (6) для вычисления приращения максимального прогиба балки. Она подобна выражению (2):

$$\Delta w_i = \frac{\Delta\varepsilon_i \left( -2l_i^3 + 2l_i a_i^2 - a_i^3 \right)}{24h_i \left( l_i - a_i + \frac{a_i^2}{3l_i} \right)} \quad (6)$$

Расчет деформации  $i$ -ой балки, а также остальные вычисления выполнялись, как и в случае шарнирно-опертой балки: деформация образца была вычислена по формуле (3), напряжение всего образца рассчитывалось по формуле (4).

#### РЕЗУЛЬТАТЫ МОДЕЛИРОВАНИЯ

Из сравнения формул (1) и (5) для напряжений, и (2) и (6) для перемещений математически можно сделать вывод о том, что напряжения и деформации при моделировании структуры образца при помощи балок с жесткой заделкой будут ниже, чем при использовании для расчета балок на шарнирной опоре.

На основании предложенных схем расчета выполнено моделирование сжатия пористого образца из сплава TiNi со следующими константами материала:  $M_s=341$  К,  $M_f=321$  К,  $A_s=355$  К,  $A_f=375$  К, скрытая теплота превращения  $q_o=-190$  МДж/м<sup>3</sup>. Геометрические размеры балок, представленные в таблице 1, были выбраны в качестве элементов плоской прорезной пружины на основании анализа микрофотографии образца пористого TiNi, приведенной в работе [19]. Пористость моделируемого образца  $p$  составляла 54 %.

Таблица 1. Геометрические параметры балок

$l$ , мм	$a$ , мм	$b$ , мм	$h$ , мм	$H$ , мм
4,7	0,8	1,2	0,4	0,5
6,7	1,1	1,5	1	1,3
9,4	1,7	1,2	1,5	1,6

На рисунке 5 приведены диаграммы деформирования модельных образцов в мартенситном и аустенитном состояниях (см. рис. 5 а и 5 б соответственно), а также результаты эксперимента [19]. Расчеты выполнены для моделей, состоящих из элементов с шарнирной опорой и жесткой заделкой. Сравнение кривых позволяет заключить, что при одинаковом напряжении условие жесткой заделки приводит к меньшей деформации, чем при расчетах, основанных на условии шарнирно опертой балки, а результат лучше согласуется с имеющимися экспериментальными данными. Рисунок 6 иллюстрирует поведение модельных конструкций с разными типами закрепления при охлаждении и нагреве под постоянным напряжением 50 и 100 МПа. При охлаждении за счет эффекта пластичности

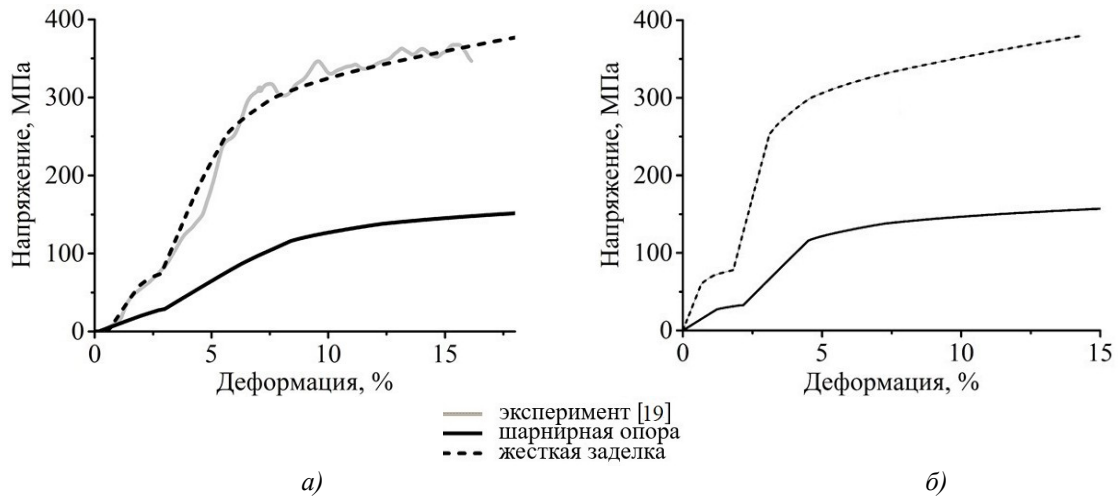


Рис. 5. Диаграммы деформирования образца из пористого TiNi в мартенситном (а) и аустенитном (б) состояниях

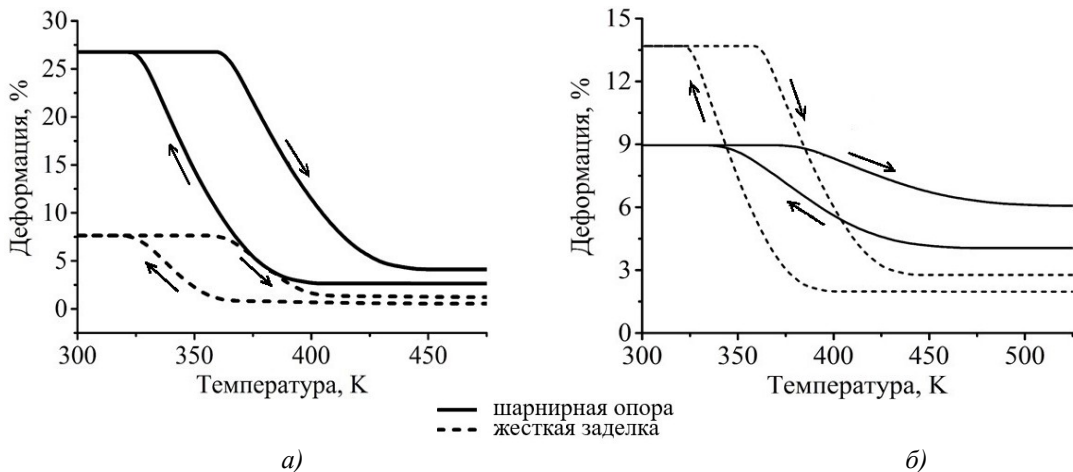


Рис. 6. Расчет поведения образца из пористого TiNi при охлаждении и нагреве под постоянной нагрузкой 50 МПа (а) и 100 МПа (б)

превращения деформация накапливается, а при нагреве частично возвращается благодаря эффекту памяти формы в СПФ.

### ВЫВОДЫ

Таким образом, показано, что выбор граничных условий в балочной модели пористого сплава с памятью формы существенно влияет на результаты моделирования его деформации. При одинаковых нагрузках условия жесткой заделки приводят к меньшим локальным напряжениям в структурном элементе, чем при его моделировании шарнирно опертой балкой, а результат лучше согласуется с имеющимися экспериментальными данными.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, гранты № 15-01-07657 и № 15-08-05021.

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Liang C., Davidson F., Sejtky L.M., Straub F.K. Applications of torsional shape memory alloy actuators for active rotor blade control: opportunities and limitations // Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering. 1996. Vol. 2717. P. 91–100.
2. Garner L.J., Wilson L.N., Lagoudas D.C., Rediniotis O.K. Development of a shape memory alloys actuated bio-mimetic vehicle // Smart Materials and Structures. 2000. Vol. 9. № 5. P. 673–683.
3. Gunther V.E., Dambaev G.Ts., Sysolyatin P.G. Delay law and new class of materials and implants in medicine. Northampton: STT, 2000. 432 p.
4. Bansiddhi A., Sargeant T.D., Stupp S.I., Dunand D.C. Porous NiTi for bone implants: A review // Acta Biomaterialia. 2008. Vol. 4. № 4. P. 773–782.
5. Entchev P., Lagoudas D. Modeling porous shape memory alloys using micromechanical averaging techniques // Mechanics of Materials. 2002. Vol. 34. № 1. P. 1–24.

6. Benveniste Y. A new approach to the application of Mori-Tanaka's theory in composite material // *Mechanics of Materials*. 1987. Vol. 6. P. 147–157.
7. Budiansky B. On the elastic moduli of some heterogeneous materials // *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 1965. Vol. 13. № 4. P. 223–227.
8. Nemat-Nasser S., Hori M. *Micromechanics: Overall Properties of Heterogeneous Materials*. North-Holland: Elsevier, 1993. 113 p.
9. Qidwai M.A., Entchev P.B., Lagoudas D.C., DeGiorgi V.G. Modeling of the thermomechanical behavior of porous shape memory alloys // *International journal of solids and structures*. 2001. Vol 38. № 48-49. P. 8653–8671.
10. Entchev P.B., Lagoudas D.C. Modeling of transformation-induced plasticity and its effect on the behavior of porous shape memory alloys. Part I, II // *Mechanics of Materials*. 2004. Vol. 36. № 9. P. 865–913.
11. Tanaka K. Thermomechanical sketch of shape memory effect: One-dimensional tensile behavior // *Res Mechanica: International journal of structural mechanics and materials science*. 1986. Vol. 18. № 3. P. 251–263.
12. Zhao Y., Taya M., Kang Y.S., Kawasaki A. Compression behavior of porous NiTi shape memory alloy // *Acta Materialia*. 2005. Vol. 53. P. 337–343.
13. Xue L., Dui G., Liu B., Xin L. A phenomenological constitutive model for functionally graded porous shape memory alloy // *International journal of engineering science*. 2014. Vol. 78. P. 103–113.
14. Sayed T., Gurses E., Siddiq A. A phenomenological two-phase constitutive model for porous shape memory alloys // *Computational Materials Science*. 2012. Vol. 60. P. 44–52.
15. Ravari M., Kadhodaei M., Ghaei A. Effects of asymmetric material response on the mechanical behavior of porous shape memory alloys // *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2016. Vol. 27. № 12. P. 1687–1701.
16. Ashrafi A., Argavani J., Naghdabadi R., Sohrabpour S. A 3-D constitutive model for pressure dependent phase transformation of porous shape memory alloys // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2016. Vol. 42. P. 292–310.
17. Panico M., Brinson L.C. Computational modeling of porous shape memory alloys // *International Journal of Solids Structures*. 2008. Vol. 45. № 21. P. 5613–5626.
18. Li B.Y., Rong L.J., Li Y.Y., Gjunter V.E. Synthesis of porous NiTi shape memory alloys by self-propagating high-temperature synthesis: reaction mechanism and anisotropy in pore structure // *Acta Materialia*. 2000. Vol. 48. P. 3895–3904.
19. Kaya M., Orhan N., Tosun G. The effect of the combustion channels on the compressive strength of porous NiTi shape memory alloy fabricated by SHS as implant material // *Current Opinion in Solid State and Materials Science*. 2010. Vol. 14. P. 21–25.
20. Zanotti C., Giuliani P., Bassani P., Passaretti F., Tuissi A. Characterization of porous NiTi alloys produced by SHS // *Proceedings of the International Conference on Shape Memories and Superelastic Technologies*. 2006. P. 373–380.
21. Volkov A.E., Evarд M.E., Iaparova E.N. Modeling of functional properties of porous shape memory alloy // *MATEC Web of Conferences*. 2015. Vol. 33. P. 02006.
22. Волков А.Е., Евард М.Е., Япарова Е.Н. Деформация пористого образца из сплава с памятью формы с поперечной ориентацией пор относительно оси нагружения // *Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки*. 2016. Т. 21. № 3. С. 913–916.
23. Volkov A.E., Evarд M.E., Iaparova E.N. A beam model of porous shape memory alloy deformation // *Materials Today: Proceedings*. 2017. Vol. 4. P. 4631–4636.
24. Evarд M.E., Volkov A.E. Modeling of martensite accommodation effect on mechanical behavior of shape memory alloys // *Journal of Engineering Materials and Technology*. 1999. Vol. 121. № 1. P. 102–104.

## REFERENCES

1. Liang C., Davidson F., Scjetky L.M., Straub F.K. Applications of torsional shape memory alloy actuators for active rotor blade control: opportunities and limitations. *Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering*, 1996, vol. 2717, pp. 91–100.
2. Garner L.J., Wilson L.N., Lagoudas D.C., Rediniotis O.K. Development of a shape memory alloys actuated biomimetic vehicle. *Smart Materials and Structures*, 2000, vol. 9, no. 5, pp. 673–683.
3. Gunther V.E., Dambaev G.Ts., Sysolyatin P.G. *Delay law and new class of materials and implants in medicine*. Northampton, STT, 2000. 432 p.
4. Bansiddhi A., Sargeant T.D., Stupp S.I., Dunand D.C. Porous NiTi for bone implants: A review. *Acta Biomaterialia*, 2008, vol. 4, no. 4, pp. 773–782.
5. Entchev P., Lagoudas D. Modeling porous shape memory alloys using micromechanical averaging techniques. *Mechanics of Materials*, 2002, vol. 34, no. 1, pp. 1–24.
6. Benveniste Y. A new approach to the application of Mori-Tanaka's theory in composite material. *Mechanics of Materials*, 1987, vol. 6, pp. 147–157.
7. Budiansky B. On the elastic moduli of some heterogeneous materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1965, vol. 13, no. 4, pp. 223–227.
8. Nemat-Nasser S., Hori M. *Micromechanics: Overall Properties of Heterogeneous Materials*. North-Holland, Elsevier, 1993. 113 p.
9. Qidwai M.A., Entchev P.B., Lagoudas D.C., DeGiorgi V.G. Modeling of the thermomechanical behavior of porous shape memory alloys. *International journal of solids and structures*, 2001, vol 38, no. 48-49, pp. 8653–8671.
10. Entchev P.B., Lagoudas D.C. Modeling of transformation-induced plasticity and its effect on the behavior of porous shape memory alloys. Part I, II. *Mechanics of Materials*, 2004, vol. 36, no. 9, pp. 865–913.
11. Tanaka K. Thermomechanical sketch of shape memory effect: One-dimensional tensile behavior. *Res Mechanica: International journal of structural mechanics and materials science*, 1986, vol. 18, no. 3, pp. 251–263.
12. Zhao Y., Taya M., Kang Y.S., Kawasaki A. Compression behavior of porous NiTi shape memory alloy. *Acta Materialia*, 2005, vol. 53, pp. 337–343.
13. Xue L., Dui G., Liu B., Xin L. A phenomenological constitutive model for functionally graded porous shape memory alloy. *International journal of engineering science*, 2014, vol. 78, pp. 103–113.
14. Sayed T., Gurses E., Siddiq A. A phenomenological two-phase constitutive model for porous shape memory

- alloys. *Computational Materials Science*, 2012, vol. 60, pp. 44–52.
15. Ravari M., Kadkhodaei M., Ghaei A. Effects of asymmetric material response on the mechanical behavior of porous shape memory alloys. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*, 2016, vol. 27, no. 12, pp. 1687–1701.
  16. Ashrafi A., Argavani J., Naghdabadi R., Sohrabpour S. A 3-D constitutive model for pressure dependent phase transformation of porous shape memory alloys. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2016, vol. 42, pp. 292–310.
  17. Panico M., Brinson L.C. Computational modeling of porous shape memory alloys. *International Journal of Solids Structures*, 2008, vol. 45, no. 21, pp. 5613–5626.
  18. Li B.Y., Rong L.J., Li Y.Y., Gjunter V.E. Synthesis of porous NiTi shape memory alloys by self-propagating high-temperature synthesis: reaction mechanism and anisotropy in pore structure. *Acta Materialia*, 2000, vol. 48, pp. 3895–3904.
  19. Kaya M., Orhan N., Tosun G. The effect of the combustion channels on the compressive strength of porous NiTi shape memory alloy fabricated by SHS as implant material. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 2010, vol. 14, pp. 21–25.
  20. Zanotti C., Giuliani P., Bassani P., Passaretti F., Tuissi A. Characterization of porous NiTi alloys produced by SHS. *Proceedings of the International Conference on Shape Memories and Superelastic Technologies*, 2006, pp. 373–380.
  21. Volkov A.E., Evard M.E., Iaparova E.N. Modeling of functional properties of porous shape memory alloy. *MATEC Web of Conferences*, 2015, vol. 33, pp. 02006.
  22. Volkov A.E., Evard M.E., Yaparova E.N. Deformation of porous shape memory alloy sample with pores transversally oriented relative to the load direction. *Vestnik Tambovskogo universiteta. Seriya: Estestvennye i tekhnicheskie nauki*, 2016, vol. 21, no. 3, pp. 913–916.
  23. Volkov A.E., Evard M.E., Iaparova E.N. A beam model of porous shape memory alloy deformation. *Materials Today: Proceedings*, 2017, vol. 4, pp. 4631–4636.
  24. Evard M.E., Volkov A.E. Modeling of martensite accommodation effect on mechanical behavior of shape memory alloys. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 1999, vol. 121, no. 1, pp. 102–104.

**CONCERNING THE SELECTION OF BOUNDARY CONDITIONS  
DURING THE COMPUTER MODELLING OF FUNCTIONAL-MECHANICAL BEHAVIOR  
OF POROUS SHAPE MEMORY ALLOY SAMPLES**

© 2017

*A.E. Volkov*, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor  
*M.E. Evard*, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor  
*E.N. Yaparova*, postgraduate student  
*Saint Petersburg State University, Saint Petersburg (Russia)*

*Keywords:* shape memory alloys; modelling; porous materials.

*Abstract:* The authors proposed a model for the description of the functional and mechanical behavior of a sample of the porous shape memory alloy, the structural elements of which were approximated by flat slotted springs. These springs, in their turn, consist of beams. During the deformation process, beams oriented perpendicular to the loading direction contribute significantly to the sample macroscopic strain.

The authors investigated the influence of beam supporting conditions on the modeling results. Two types of boundary conditions are considered – hinge support and rigid fixing. Within the methods of the strength of materials for the specified types of supports, the authors solved the static problems; found the stresses in the most strained area and beam deflections. To calculate the anelastic deformation arising from the martensitic transformation in the shape memory alloys, the microstructural model allowing describing the functional properties of these materials was used. Basing on the analysis of microphotography of porous TiNi alloy, the geometrical parameters of beams were chosen. The authors carried out the simulation of the behavior of the porous shape memory alloy sample during the isothermal compression at various temperatures when the shape memory alloy is in austenitic and martensitic states. The deformation of a sample during the cooling and heating under the constant stress was calculated, in this case, the transformation plasticity and shape memory effects occur. It is shown, that the selection of boundary conditions has the important significance when modeling porous shape memory alloy behavior. The application of fixed-ended structural elements leads to the lower stresses in the modeled object and allows obtaining better correspondence between the calculation results and experimental data.

## ФРАГМЕНТИРОВАННЫЕ СТРУКТУРЫ МЕДИ В ТЕМПЕРАТУРНЫХ ПОЛЯХ

© 2017

*А.М. Грызунов*, аспирант кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

*А.А. Викарчук*, доктор физико-математических наук, профессор,  
начальник НИО-3 «Нанокатализаторы и функциональные материалы»  
*Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)*

**Ключевые слова:** активация катода; морфология поверхности; электрокристаллизация меди; температурные поля.

**Аннотация:** Металлические материалы с развитой поверхностью и особыми физико-химическими свойствами находят все большее применение в качестве катализаторов в химической, нефтеперерабатывающей промышленности и системах водоочистки. В частности, медные катализаторы применяются для синтеза анилина. Однако многие химические процессы протекают при повышенных температурах, что не может не сказываться на сроках службы катализаторов, которые изготавливаются разными технологическими приемами. Поэтому является актуальным исследование влияния методики получения медных электролитических материалов-катализаторов на особенности их поведения в температурных полях.

В статье исследуются в температурных полях медные электролитические фольги с развитой поверхностью, полученные с применением механической активации катода и без нее. Приведены результаты исследований изменения их морфологии поверхности и фазового состава в процессе их термообработки в окислительной среде, а также исследования зависимости величины запасенной упругой энергии от концентрации в материалах кристаллов, содержащих высокоэнергетичные дефекты ростового происхождения.

В ходе экспериментов были обнаружены различия в изменении энтальпии (в процессе нагрева) для двух последовательных фазовых превращений в медных фольгах. Эти различия могут свидетельствовать о том, что кроме интенсивного окисления меди при данных температурах в обеих фольгах, в фольгах, выращенных с применением механической активации катода, реализуются еще и релаксационные процессы, связанные с наличием высокой концентрации дефектов кристаллического строения, имеющих ростовое происхождение. Это позволяет говорить, что фольги, состоящие из пентагональных пирамид и конусообразных кристаллов с развитой поверхностью, обладают большей запасенной в процессе электроосаждения упругой энергией, чем фольги, полученные без применения механической активации катода.

### ВВЕДЕНИЕ

Каталитически активные металлы [1; 2], обладающие развитой поверхностью и особыми физико-химическими характеристиками, широко используются в качестве катализаторов в газоперерабатывающей, нефтехимической, химической промышленности и экологии [2–4]. Существует большое разнообразие технологических подходов [5–7] к получению таких материалов, основной целью которых является создание фольг и покрытий с развитой поверхностью [8], так как считается, что каталитическая активность металлических материалов в основном определяется их удельной поверхностью [9–11]. Однако существует другая концепция, суть которой заключается в том, что каталитическая активность металлических материалов не только определяется их удельной поверхностью, но и сильно зависит от внутреннего строения материала и особенностей морфологии его поверхности. Эта концепция имеет большое значение при осуществлении структурно-чувствительных каталитических реакций, протекающих при таких температурах, при которых процессы реконструкции морфологии поверхности происходят очень медленно, а каталитически активные, но неустойчивые структуры могут сохраняться длительное время.

До недавнего времени существовала трудность в изготовлении катализаторов с преимущественным развитием каталитических структур с особыми морфологическими признаками в виде определенных кристаллографических граней, ступеней и ребер. Поэтому нами была разработана и запатентована методика выращивания (широко применяемых во многих каталитических процессах) медных покрытий и фольг, состоящих из кри-

сталлов, имеющих вышеперечисленные признаки морфологии поверхности [12–14]. Возникла необходимость исследовать влияние внутренней структуры и морфологии поверхности медных электролитических материалов-катализаторов, полученных по такой методике, на особенности их поведения в температурных полях.

Цель работы – сравнение поведения медных электролитических фольг в температурных полях и окислительной среде и определение температурных интервалов, при которых происходит реконструкция морфологии поверхности медных фольг.

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для проведения сравнительного анализа образцов были подготовлены два вида фольг: одни были выращены по авторской методике [12–14] с применением механической активации катода абразивными частицами активатора, другие фольги выращены при точно таких же режимах электроосаждения, но без применения механической активации поверхности катода и растущих кристаллов меди.

Электроосаждение проводилось на пластины из нержавеющей стали марки 12Х18Н10Т с применением механической активации катода и растущих на нем кристаллов абразивными микрочастицами активатора. Активирование поверхности растущего кристалла меди осуществлялось движущимися и инертными к электролиту абразивными частицами оксидов металлов. Целью активирования поверхности было создание условий, при которых в процессе электрокристаллизации в формирующихся кристаллах содержались бы преимущественно



высокоэнергетичные дефекты, за счет чего (в процессе дальнейшего их роста) в кристаллах меди произошла бы фрагментация структуры, и кристаллы приобрели бы развитую поверхность и особые морфологические признаки (пентагональную симметрию, специфическую огранку, ступени роста и др.).

Электроосаждение проводилось из сернокислого электролита при  $5 \text{ A/дм}^2$  в течение 2400 с (температура электролита во время электролиза составляла  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ).

Температурные исследования были выполнены на дифференциальном сканирующем калориметре NITACHI EXTAR X-DSC 7000. Эксперименты проводились в интервале температур от  $25$  до  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  при скорости нагрева образцов  $10 \text{ град/мин}$ . Для исследований эволюции морфологии поверхности дефектных кристаллов в температурных полях, из электроосажденных медных фольг вырезали диски диаметром, равным внутреннему диаметру алюминиевых или керамических тиглей, для непосредственного отжига в дифференциальном сканирующем калориметре. Масса всех исследуемых образцов была примерно одинакова и составляла  $6 \text{ мг}$ . Калориметрические исследования проводились в кислороде. Для каждого вида фольг осуществлялось не менее  $10$  калориметрических исследований.

Изменения в морфологии поверхности кристаллов наблюдали с помощью электронных микроскопов (Carl Zeiss Sigma и JEOL JCM 6000). Исследования структуры проводились при помощи просвечивающего электронного микроскопа ПРЭМ 200.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Микроскопические исследования поверхности медных фольг, полученных с применением механической активации катода (рис. 1), показали наличие в фольгах кристаллов преимущественно двух видов: пентагональных пирамид (рис. 1 б) и конусообразных кристаллов с высокими ступенями роста (рис. 1 в).

Ранее, в ряде работ [15–17] была показана неразрывная связь пентагональной симметрии и дисклинаций для кристаллов меди различных морфологических форм (икосаэдрических частиц, пентагональных стержней, микротрубок и др.). По нашему мнению, в кристаллах, полученных методом электроосаждения меди с механической активацией, также содержатся дефекты дисклинационного типа. Именно их наличие в структу-

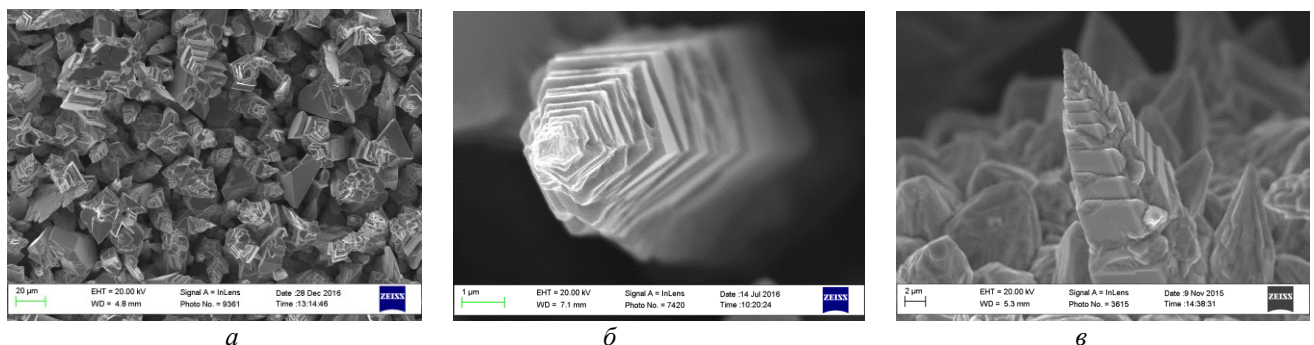
ре кристалла определяет особенность их морфологии. Для подтверждения этой идеи были проведены структурные исследования пентагональных пирамид (рис. 1 б) и конусообразных кристаллов, имеющих многоатомные ступени роста (рис. 1 в).

Электронно-микроскопические исследования фольг из пентагональных пирамид меди и конусообразных кристаллов с высокими ступенями роста, формирующихся при электрокристаллизации в условиях активации катода (рис. 2), показали, что они действительно содержат высокоэнергетические дефекты дисклинационного типа в виде большеугловых, дисклинационных субграней, не лежащих в определенных кристаллографических плоскостях, и в виде необычных для меди оборванных двойниковых границ ростового типа  $\{111\}\langle 110\rangle$ , а также содержат двойниковые прослойки и фрагменты (рис. 2 а, 2 б, 2 в).

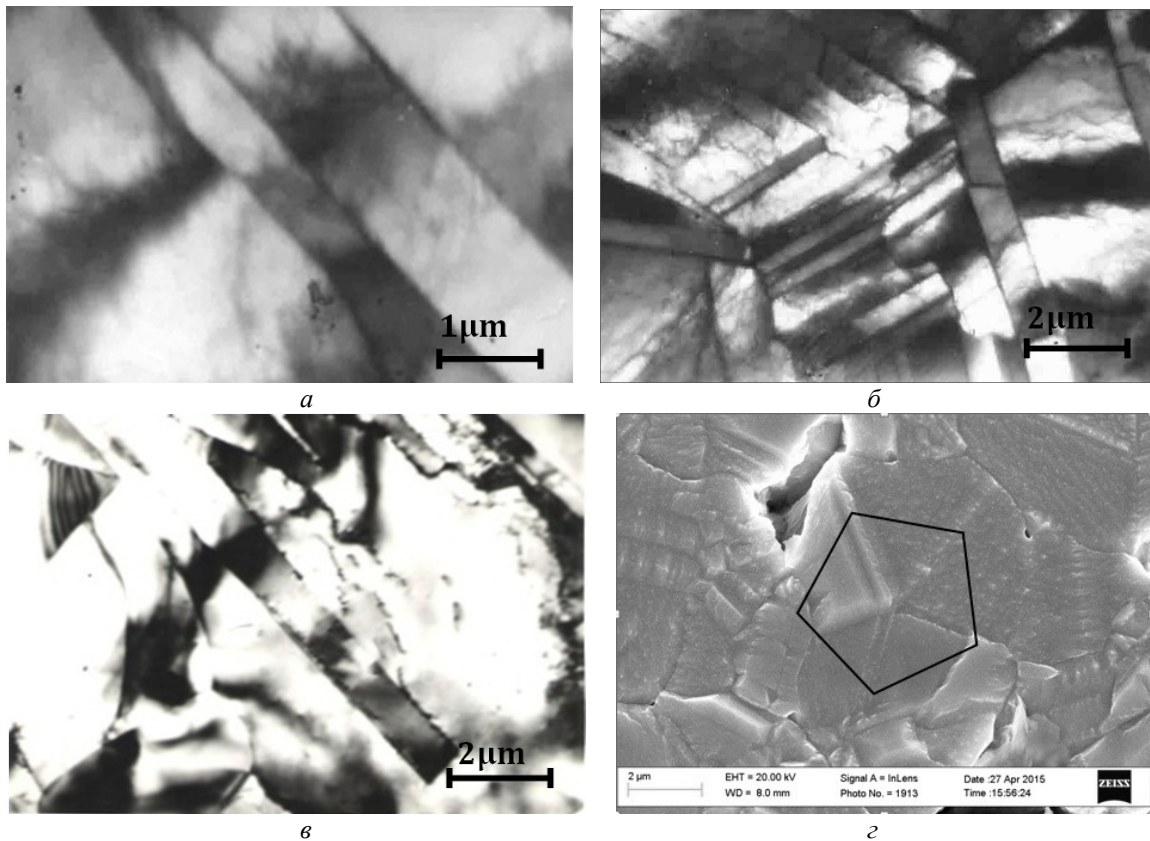
При детальном рассмотрении мест роста пентагональных пирамид (рис. 2 г) можно говорить о том, что они образуются на плоских пентагональных кристаллах меди, первоначально сформировавшихся на катоде, а именно в местах выхода частичной дисклинации в пентагональном кристалле, там, где сходятся пять двойниковых границ [18–20]. Пирамида и сам плоский пентагональный кристалл имеют фрагментированную структуру, состоят из пяти фрагментов, разделенных двойниковыми границами, образовавшихся в процессе роста [21–23].

Электронно-микроскопические исследования фольги, выращенной без применения механической активации, показали, что они имеют сравнительно гладкую поверхность (рис. 3 а), состоят из обычных кристаллов, не имеющих вышеперечисленных морфологических признаков. Самыми распространенными ростовыми дефектами в них являются дефекты упаковки, субзеренные дислокационные границы и двойники ростового происхождения (рис. 3 б).

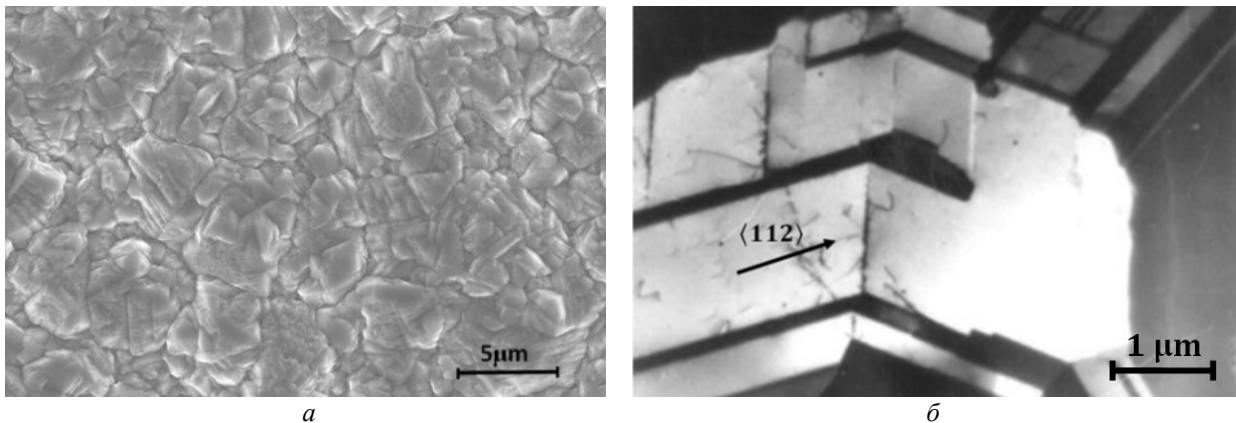
Таким образом, результаты экспериментов позволяют говорить о том, что, применяя механическую активацию растущих кристаллов, мы создаем условия для образования в металле дефектов дисклинационного типа, энергоемких фрагментированных структур и развитой поверхности [24; 25]. Поэтому фольги, состоящие преимущественно из дефектных кристаллов, имеющих пентагональную симметрию и многоатомные ступени роста, должны, по нашему мнению, обладать большой



**Рис. 1.** Морфология кристаллов, полученных методом электроосаждения с применением механической активации:  
 а – общий вид поверхности фольги; б – пентагональные пирамиды;  
 в – конусообразные кристаллы, имеющие высокие ступени роста



**Рис. 2.** Электронно-микроскопические картины электроосажденной меди, полученной с механической активацией: а – полосовые структуры; б – оборванные двойниковые границы; в – фрагментированные структуры; г – место роста пентагональной пирамиды после электрополировки



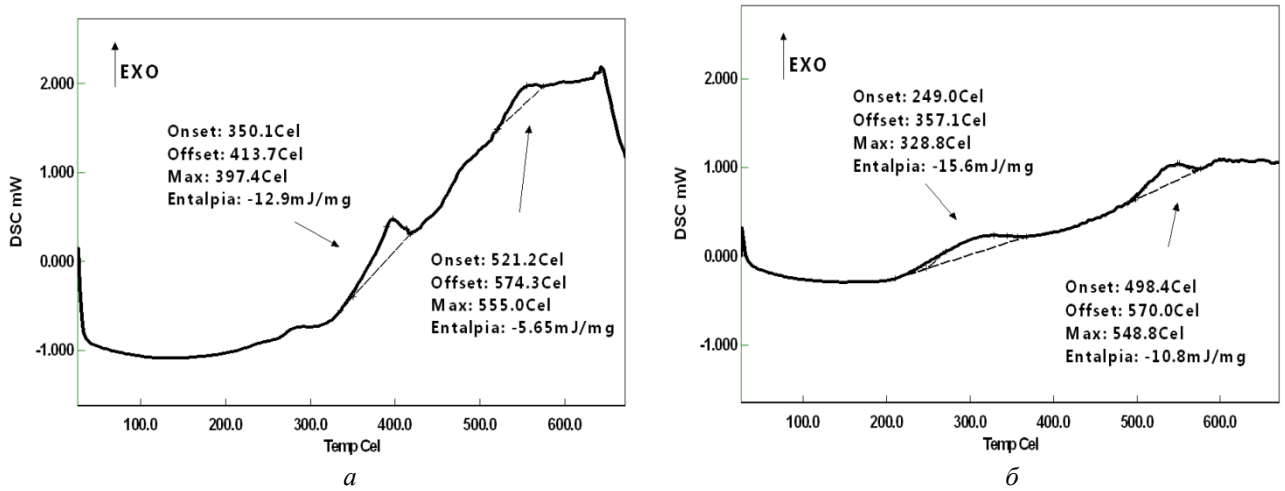
**Рис. 3.** Морфология (а) и электронно-микроскопическая картина (б) электроосажденной меди, полученной без активации

запасенной упругой энергией, которая будет релаксировать в температурных полях.

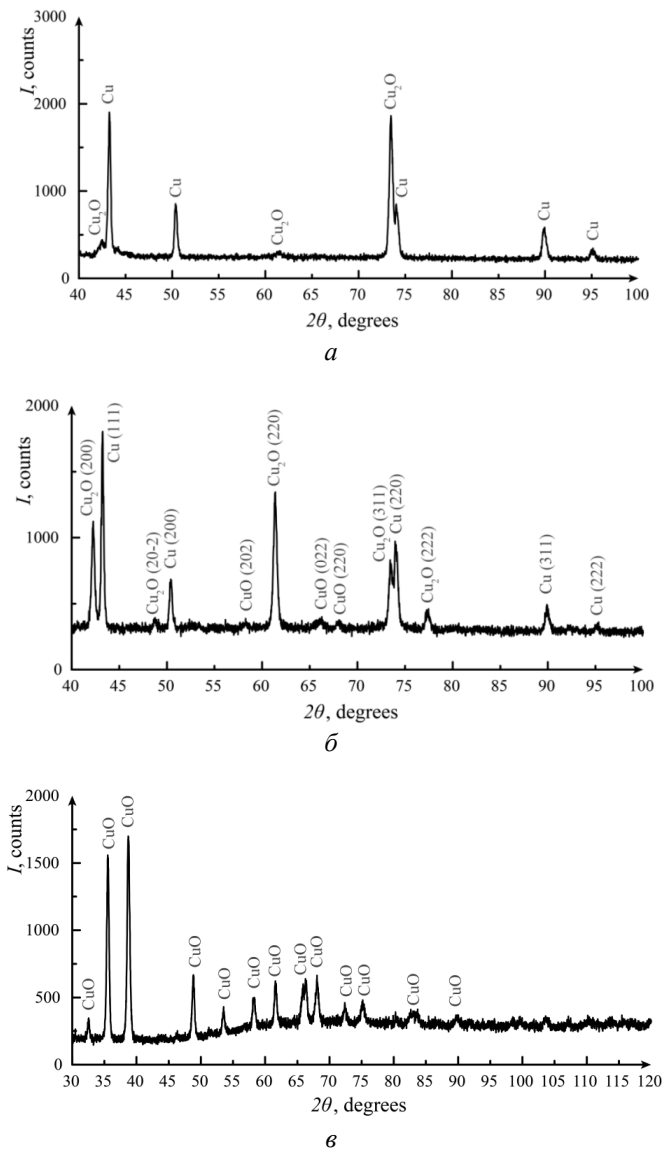
Для проверки этой идеи мы произвели термообработку в присутствии кислорода в дифференциальном сканирующем калориметре медных фольг двух видов: выращенных без применения механической активации (рис. 3 а) и выращенных с применением механической активации (рис. 1). Калориметрические исследования показали, что на термограммах для фольг, полученных без механической активации, можно наблюдать два дискретно расположенных экзотермических пика примерно в интервалах температур 350–413 °С и 500–580 °С (рис. 4 а). Второй пик значительно слабее, чем

первый (рис. 4 а). Для фольг, полученных с механической активацией, наблюдается размытый экзотермический пик, который начинается уже при температуре 220 °С и заканчивается примерно при 360 °С (рис. 4 б), и второй, более значительный пик, примерно при тех же температурах (500–580 °С), что и для фольг без механической активации. Появление экзотермических пиков на термограммах мы в первую очередь связали с фазовыми превращениями, которые произошли при окислении меди в кислороде (рис. 5).

Действительно, рентгенофазовые исследования и термограммы образцов свидетельствуют о том, что и в том, и в другом образце поверхность меди претерпевает два



**Рис. 4.** Термограммы после нагрева медных фольг в кислороде: а – фольга, выращенная без механической активации; б – фольга, выращенная с механической активацией



**Рис. 5.** Рентгенограммы медных фольг (полученных с применением механической активации), нагретых в ДСК в кислороде до температуры 300 °С (а), до температуры 400 °С (б) и до температуры 600 °С (в)

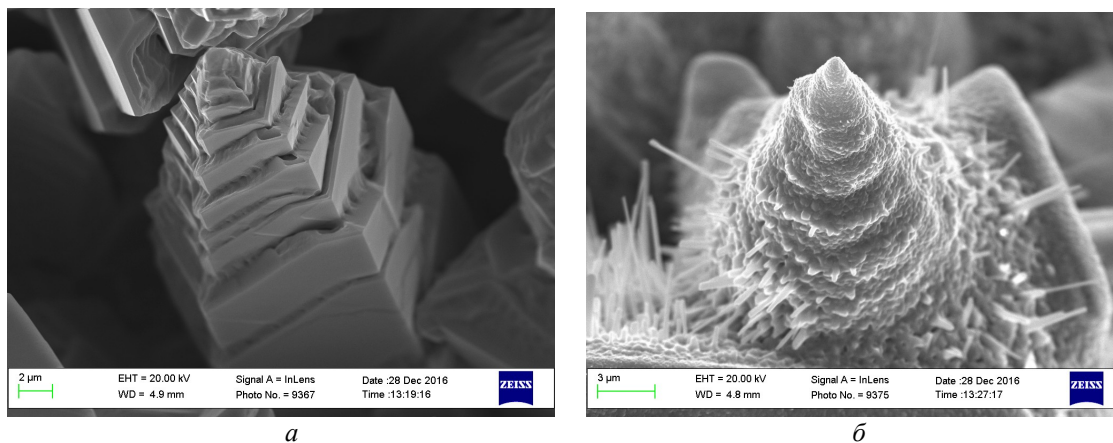


Рис. 6. Микрофотографии поверхности меди, полученной с механической активацией: а – исходные; б – после нагрева до 600 °С в кислороде

последовательных фазовых превращения в процессе окисления: сначала в оксид меди (I) ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ), затем в оксид меди (II) ( $\text{CuO}$ ) [26]. На рис. 5 представлены рентгенограммы для образцов, полученных с механической активацией. Для других фольг они оказались аналогичными.

Однако изменение энтальпии ( $\Delta H$ ), определенное по кривым ДСК (рис. 4), для фольг, выращенных по разным методикам, оказалось различным. Для фольги, выращенной без применения механической активации, при температурах 350–413 °С и 500–580 °С оно составляет от 12,50 до 13,30 мДж/мг и от 5,25 до 6,05 мДж/мг соответственно, а для другой фольги, выращенной с применением механической активации, при более низких температурах 220–360 °С оно составляет от 15,40 до 16,05 мДж/мг, а при температурах 500–580 °С – от 10,40 до 11,25 мДж/мг. Причем изменение энтальпии второго экзотермического пика у фольг, состоящих из микрокристаллов с пентагональной симметрией и конусообразных кристаллов с высокими степенями роста, больше примерно в два раза.

Различия в изменении энтальпии для двух последовательных фазовых превращений свидетельствуют о том, что, кроме интенсивного окисления меди при этих температурах, реализуются еще и релаксационные процессы, вероятно, связанные с наличием высокой концентрации дефектов кристаллического строения, имеющих ростовое происхождение.

Электронно-микроскопические исследования позволили детально проанализировать изменение морфологии поверхности фольги с механической активацией до и после проведенных калориметрических исследований. На рис. 6 представлены микрофотографии поверхности медной фольги с механической активацией до и после термообработки в кислороде (после нагрева до 600 °С).

Микроскопический анализ поверхности фольги и кристаллов в ней показал, что в процессе окисления меди при нагревании до температуры 600 °С на ее поверхности можно одновременно наблюдать остаточные висцерные образования и значительную концентрацию поверхностных пор (рис. 6). Анализ изменения морфологии поверхности пентагональных пирамид и конусообразных кристаллов, имеющих высокие степени роста (рис. 1, б а), позволил обнаружить частичное сглажива-

ние боковых граней пирамид и конусов (рис. 6 б). Согласно литературным данным [27–29], релаксация дальнедействующих напряжений от частичных дисклиниаций в пентагональных кристаллах, находящихся в температурных полях, может осуществляться путем образования на их поверхности нановискеров и нанопор, а в объеме – внутренних полостей.

## ВЫВОДЫ

Таким образом, тепловыделение в медных фольгах в процессе их нагревания в кислороде в дифференциальном сканирующем калориметре связано с происходящими в них фазовыми и структурными изменениями, которые интенсивно протекают при определенных температурах, в частности с образованием оксидов меди  $\text{Cu}_2\text{O}$  и  $\text{CuO}$ , формированием на поверхности кристаллов нанопор, ростом нановискеров из оксидов меди, оплавлением ступеней роста, образованием внутренних полостей, уходом дефектов кристаллического строения, эволюцией исходных дислокационной и дисклиниционно-фрагментированных структур, сформировавшихся при электрокристаллизации.

Анализируя калориметрические данные, данные рентгенофазового анализа и микроскопии, можно говорить о том, что в медных материалах, полученных методом электроосаждения с механической активацией, образуются высокоэнергетические дефекты, которые создают дальнедействующие поля упругих напряжений и, как следствие, значительную запасенную в объеме упругую энергию, релаксация которой осуществляется в температурных полях.

*Работа подготовлена при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-02-00517 а.*

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Bedilo A.F., Plyina E.V., Mishakov I.V., Vedyagin A.A. Nanocrystalline Aerogels of Metal Oxides as Destructive Sorbents and Catalysts // Chemistry for Sustainable Development. 2011. Vol. 19. P. 25–32.
2. Shpak A.P., Korduban A.M., Kandyba V.A., Kryshchuk T.V., Medvedskij M.M., Pogorelov A.E.

- Synthesis and investigation of electronic structure features of electroexplosive TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>:Ag // *Nanomaterials: Applications and Properties (NAP-2011): 1st international conference. Vol. 1, part I. Alushta, 2011. P. 200–203.*
3. Gracheva I.E., Moshnikov V.A., Karpova S.S., Maraeva E.V. Net-like structured materials for gas sensors // *Journal of Physics: Conference Series. 2011. Vol. 291. № 1. P. 012017.*
  4. Ho K.M., Ri Ju R., Hyon Ch. Study on the activity and stability of methanol synthesis catalyst added B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> under low temperature-intermediate pressure // *European science. 2017. № 3. P. 5–8.*
  5. Яхваров Д.Г., Трофимова Е.А., Ризванов И.Х., Фомина О.С., Сияншин О.Г. Электрохимический синтез и каталитическая активность никельорганических сигма-комплексов // *Электрохимия. 2011. Т. 47. № 10. С. 1180–1190.*
  6. Ведягин А.А., Цырульников П.Г., Струихина Н.О., Дашук Т.А., Бубнов А.В. Дегидрирование метанола на медьсодержащих катализаторах, модифицированных оксидом цинка // *Катализ в промышленности. 2006. № 3. С. 29–33.*
  7. Овсиенко О.Л. Механизмы действия добавок щелочных металлов на свойства медь-цинковых-алюминиевых катализаторов конверсии оксида углерода // *Кинетика и катализ. 2016. Т. 57. № 4. С. 455–465.*
  8. Грызунова Н.Н., Денисова А.Г. Химическое травление как один из альтернативных способов получения развитой поверхности // *Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов: сб. мат-лов XXII Уральской школы металловедов-термистов. Оренбург, 2014. С. 204–206.*
  9. Князев А.С., Шмотин В.С., Магаева А.А., Борнин А.И., Саланов А.Н., Водянкина О.В., Курина Л.Н. Активность меди и серебра в процессе парциального окисления этиленгликоля // *Катализ в промышленности. 2006. № 5. С. 23–30.*
  10. Ракитская Т.Л., Киосе Т.А., Волкова В.Я. Металлические, оксидные и металлокомплексные катализаторы низкотемпературного окисления монооксида углерода кислородом // *Вестник Одесского национального университета. Химия. 2004. Т. 9. № 6-7. С. 33–45.*
  11. Магаева А.А., Шмотин В.С., Водянкина О.В., Князев А.С., Саланов А.Н., Чесалов Ю.А., Стоянов Е.С., Одегова Г.В., Курина Л.Н. Формирование активной поверхности промотированного медного катализатора парциального окисления этанола // *Журнал физической химии. 2006. Т. 80. № 5. С. 818–825.*
  12. Грызунова Н.Н., Викарчук А.А., Тюрков М.Н. Получение и исследование электролитических материалов с энергоемкой дефектной структурой и развитой поверхностью // *Деформация и разрушение материалов. 2016. № 2. С. 13–19.*
  13. Gryzunova N.N., Vikarchuk A.A., Bekin V.V., Romanov A.E. Creating a developed surface of copper electrolytic coatings via mechanical activation of the cathode with subsequent thermal treatment // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics. 2015. Vol. 79. № 9. С. 1093–1097.*
  14. Грызунов А.М. Влияние активации катода на эволюцию морфологии поверхности кристаллов, формирующихся в процессе электрокристаллизации меди // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2016. № 2. С. 22–28.*
  15. Владимиров В.И., Романов А.Е. Дисклинации в кристаллах. Л.: Наука, 1986. 224 с.
  16. Gryaznov V.G., Heidenreich J., Kaprelov A.M., Nepijko S.A., Romanov A.E., Urban J. Pentagonal symmetry and disclinations in small particles // *Crystal Research and Technology. 1999. Vol. 34. № 9. P. 1091–1119.*
  17. Ясников И.С. К вопросу о раскрытии сектора вместо двойниковой границы в пентагональных малых частицах электролитического происхождения // *Письма в Журнал экспериментальной и теоретической физики. 2013. Т. 97. № 9-10. С. 592–596.*
  18. Колесникова А.Л., Романов А.Е. О релаксации напряжений в пентагональных нитевидных кристаллах // *Письма в Журнал технической физики. 2007. Т. 33. № 20. С. 73–79.*
  19. Викарчук А.А., Грызунова Н.Н. Спирально-дисклинационный механизм формирования нитевидных пентагональных кристаллов в процессе электрокристаллизации // *Материаловедение. 2008. № 6. С. 7–12.*
  20. Грызунова Н.Н. К вопросу о дисклинационной природе пентагональных пирамид с высокими степенями роста электролитического происхождения // *Письма о материалах. 2017. Т. 7. № 1. С. 39–43.*
  21. Yasnikov I.S. Elastic stress relaxation in pentagonal fine particles and crystallites of electrolytic origin // *Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics. 2007. Vol. 52. № 5. С. 666–667.*
  22. Kolesnikova A.L., Gutkin M.Y., Proskura A.V., Morozov N.F., Romanov A.E. Elastic fields of straight wedge disclinations axially piercing bodies with spherical free surfaces // *International journal of Solids and Structures. 2016. Vol. 99. P. 82–96.*
  23. Грызунова Н.Н., Викарчук А.А. Особенности формирования нитевидных пентагональных кристаллов на дефектах подложки, имеющих дисклинационную природу // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2009. № 4. С. 9–13.*
  24. Викарчук А.А., Грызунова Н.Н., Грызунов А.М., Романов А.Е. Рост металлических кристаллов в процессе электрокристаллизации с одновременной механоактивацией их поверхности // *Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. 2016. Т. 21. № 3. С. 730–733.*
  25. Бобыль Е.А., Гуткин М.Ю., Колесникова А.Л., Романов А.Е. Поля напряжений радиальной дисклинационной петли (дислокации Соммилианы) в упругом цилиндре // *XXII Петербургские чтения по проблемам прочности, к 110-летию со дня рождения академика С.Н. Журкова и 85-летию со дня рождения профессора В.А. Лихачева: сб. мат-лов. СПб., 2016. С. 143–145.*
  26. Абрамова А.Н. Фазовые превращения в икосаэдрических малых частицах меди в процессе их отжига в различных газовых средах // *Фазовые превращения и прочность кристаллов: сб. тезисов VIII Междунар. конференции. Черноголовка, 2014. С. 101–102.*
  27. Ясников И.С. Релаксация внутренних полей упругих напряжений в пентагональных микротрубках в процессе их роста при электрокристаллизации меди //

- Вестник Самарского государственного технического университета. Серия: Физико-математические науки. 2005. № 38. С. 90–95.
28. Yasnikov I.S. Mechanism of the formation of cavities in icosahedral metallic small particles of electrolytic origin // *Physics of the Solid State*. 2007. Vol. 49. № 7. P. 1224–1228.
  29. Kolesnikova A.L., Orlova T.S., Hussainova I., Romanov A.E. Elastic models of defects in two-dimensional crystals // *Physics of the solid state*. 2014. Vol. 56. № 12. P. 2573–2579.
- REFERENCES**
1. Bedilo A.F., Ilyina E.V., Mishakov I.V., Vedyagin A.A. Nanocrystalline Aerogels of Metal Oxides as Destructive Sorbents and Catalysts. *Chemistry for Sustainable Development*, 2011, vol. 19, pp. 25–32.
  2. Shpak A.P., Korduban A.M., Kandyba V.A., Kryshchuk T.V., Medvedskij M.M., Pogorelov A.E. Synthesis and investigation of electronic structure features of electroexplosive TiO<sub>2</sub> and TiO<sub>2</sub>:Ag. *1st international conference "Nanomaterials: Applications and Properties (NAP-2011)"*. Alushta, 2011, vol. 1, part I, pp. 200–203.
  3. Gracheva I.E., Moshnikov V.A., Karpova S.S., Maraeva E.V. Net-like structured materials for gas sensors. *Journal of Physics: Conference Series*, 2011, vol. 291, no. 1, pp. 012017.
  4. Ho K.M., Ri Ju R., Hyon Ch. Study on the activity and stability of methanol synthesis catalyst added B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> under low temperature-intermediate pressure. *European science*, 2017, no. 3, pp. 5–8.
  5. Yakhvarov D.G., Trofimova E.A., Rizvanov I.Kh., Fomina O.S., Sinyashin O.G. Electrochemical synthesis and catalytic activity of organonickel sigma-complexes. *Russian journal of electrochemistry*, 2011, vol. 47, no. 10, pp. 1100–1110.
  6. Vedyagin A.A., Tsyulnikov P.G., Struikhina N.O., Dashuk T.A., Bubnov A.V. Methanol dehydrogenation over copper-containing catalysts modified zinc oxide. *Kataliz v promyshlennosti*, 2006, no. 3, pp. 29–33.
  7. Ovsienko O.L. Mechanisms of the action of alkali metal admixtures on the properties of copper-zinc-aluminum water-gas shift catalysts. *Kinetics and catalysis*, 2016, vol. 57, no. 4, pp. 455–465.
  8. Gryzunova N.N., Denisova A.G. Chemical etching as one of the alternative methods for obtaining a developed surface. *Sbornik materialov XXII Uralskoy shkoly metallovedov-termistov "Aktualnye problemy fizicheskogo metallovedeniya staley i splavov"*. Orenburg, 2014, pp. 204–206.
  9. Knyazev A.S., Shmotin V.S., Magaeva A.A., Boronin A.I., Salanov A.N., Vodyankin O.V., Kurina L.N. The activity of copper and silver during the partial oxidation of ethylene glycol. *Kataliz v promyshlennosti*, 2006, no. 5, pp. 23–30.
  10. Rakitskaya T.L., Kiose T.A., Volkova V.Ya. Metal, oxide and metal complex catalysts for low-temperature oxidation of carbon monoxide by oxygen. *Vestnik Odeskogo natsionalnogo universiteta. Khimiya*, 2004, vol. 9, no. 6-7, pp. 33–45.
  11. Magaeva A.A., Shmotin V.S., Vodyankina O.V., Knyazev A.S., Kurina L.N., Salanov A.N., Chesalov Yu.A., Stoyanov E.S., Odegova G.V. Active surface formation on a promoted copper catalyst of the partial oxidation of ethanol. *Russian journal of physical chemistry A*, 2006, vol. 80, no. 5, pp. 706–713.
  12. Gryzunova N.N., Vikarchuk A.A., Tyurkov M.N. Production and investigation of electrolytic energy-intensive materials with defect structure and developed surface. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2016, no. 2, pp. 13–19.
  13. Gryzunova N.N., Vikarchuk A.A., Bekin V.V., Romanov A.E. Creating a developed surface of copper electrolytic coatings via mechanical activation of the cathode with subsequent thermal treatment. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2015, vol. 79, no. 9, pp. 1093–1097.
  14. Gryzunov A.M. The influence of cathode activation on the evolution of the surface morphology of crystals formed in the process of electrochemical crystallization of cuprum. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2016, no. 2, pp. 22–28.
  15. Vladimirov V.I., Romanov A.E. *Disklinatsii v Kristallakh* [Disclinations in crystals]. Leningrad, Nauka Publ., 1986. 224 p.
  16. Gryaznov V.G., Heidenreich J., Kaprelov A.M., Nepijko S.A., Romanov A.E., Urban J. Pentagonal symmetry and disclinations in small particles. *Crystal Research and Technology*, 1999, vol. 34, no. 9, pp. 1091–1119.
  17. Yasnikov I.S. On the problem of the formation of an open sector instead of a twin boundary in electrolytic pentagonal small particles. *Journal of experimental and theoretical physics letters (JETP Letters)*, 2013, vol. 97, no. 9, pp. 513–516.
  18. Kolesnikova A.L., Romanov A.E. Stress relaxation in pentagonal whiskers. *Technical physics letters*, 2007, vol. 33, no. 10, pp. 886–888.
  19. Vikarchuk A.A., Gryzunova N.N. Spiral-disclination mechanism of forming the filamentary pentagonal crystals in process of electrocrystallization of metals. *Materialovedenie*, 2008, no. 6, pp. 7–12.
  20. Gryzunova N.N. On the disclination nature of pentagonal pyramids with high growth steps of electrolytic origin. *Letters on materials*, 2017, vol. 7, no. 1, pp. 39–43.
  21. Yasnikov I.S. Elastic stress relaxation in pentagonal fine particles and crystallites of electrolytic origin. *Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics*, 2007, vol. 52, no. 5, pp. 666–667.
  22. Kolesnikova A.L., Gutkin M.Y., Proskura A.V., Morozov N.F., Romanov A.E. Elastic fields of straight wedge disclinations axially piercing bodies with spherical free surfaces. *International journal of Solids and Structures*, 2016, vol. 99, pp. 82–96.
  23. Gryzunova N.N., Vikarchuk A.A. Features of formation threadlike pentagonal crystals on the defects of the substrate having disclination the nature. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2009, no. 4, pp. 9–13.
  24. Vikarchuk A.A., Gryzunova N.N., Gryzunov A.M., Romanov A.E. Growth in the metal crystals in the process of electrocrystallization in case of simultaneous mechanical activation of their surfaces. *Vestnik Tambovskogo universiteta. Seriya Estestvennye i tekhnicheskie nauki*, 2016, vol. 21, no. 3, pp. 730–733.

25. Bobyl E.A., Gutkin M.Yu., Kolesnikova A.L., Romanov A.E. The stress fields of a radial disclination loop (a Somigliana dislocation) in an elastic cylinder. *Sbornik materialov "XXII Peterburgskie chteniya po problemam prochnosti, k 110-letiyu so dnya rozhdeniya akademika S.N. Zhurkova i 85-letiyu so dnya rozhdeniya professora V.A. Likhacheva"*. Sankt Petersburg, 2016, pp. 143–145.
26. Abramova A.N. Phase transformations in icosahedral small particles of copper during their annealing in various gas media. *Sbornik tezisov VIII Mezhdunar. konferentsii "Fazovye prevrashcheniya i prochnost' kristallov"*. Chernogolovka, 2014, pp. 101–102.
27. Yasnikov I.S. Relaxation of internal fields of elastic stresses in pentagonal microscopic tubes in the process of their growth due to electrocrystallization of copper. *Vestnik Samarskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya Fiziko-matematicheskie nauki*, 2005, no. 38, pp. 90–95.
28. Yasnikov I.S. Mechanism of the formation of cavities in icosahedral metallic small particles of electrolytic origin. *Physics of the solid state*, 2007, vol. 49, no. 7, pp. 1224–1228.
29. Kolesnikova A.L., Orlova T.S., Hussainova I., Romanov A.E. Elastic models of defects in two-dimensional crystals. *Physics of the solid state*, 2014, vol. 56, no. 12, pp. 2573–2579.

## THE FRAGMENTED STRUCTURE OF COPPER IN TEMPERATURE FIELDS

© 2017

**A.M. Gryzunov**, postgraduate student of Chair "Nanotechnologies, material science and mechanics"  
**A.A. Vikarchuk**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,  
 Head of the Research and Development Department-3 "Nanocatalysts and functional materials"  
*Togliatti State University, Togliatti (Russia)*

*Keywords:* cathode activation; surface morphology; copper electrocrystallization; temperature fields.

*Abstract:* The metallic materials with developed surface and special physicochemical properties are increasingly used as the catalysts in chemical, oil refining industry, and water treatment systems. In particular, copper catalysts are used to synthesize aniline. However, many chemical processes occur at the increased temperatures that cannot but affect the service life of catalysts, which are produced by different technological methods. Therefore, it is important to study the influence of the procedure for producing copper electrolytic catalyst materials on their behavioral features in temperature fields.

In this paper, in the temperature fields, the authors study copper electrolytic foils with the developed surface produced using the mechanical cathode activation and without it. The paper presents the results of the study of changes in their surface morphology and phase composition in the process of their heat treatment in the oxidizing medium as well as the study of the dependence of stored elastic energy on the concentration in the crystals materials containing the high-energy defects of growth origin.

During the experiments, the differences in enthalpy change (during heating process) for two subsequent phase transformations in copper foils were detected. These differences can prove that, except the intensive copper oxidation at the assigned temperatures in both foils, in the foils grown using the mechanical cathode activation, the relaxation processes associated with the existence of the high concentration of crystalline structure defects having the growth origin take place. This allows speaking that foils consisting of pentagonal pyramids and cone crystals with the developed surface have the greater elastic energy accumulated in the electrodeposition process than the foils produced without applying the mechanical cathode activation.

## ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ И ВРЕМЕНИ СВАРКИ ДАВЛЕНИЕМ НА ФОРМИРОВАНИЕ СОЕДИНЕНИЯ ТИТАНОВОГО СПЛАВА СО СПЛАВОМ Х2Н98

© 2017

*И.И. Ибрагимова*, магистрант

*Уфимский государственный авиационный технический университет, Уфа (Россия)*

*М.Ф. Имаев*, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник

*Р.Г. Хазгалиев*, магистр техники и технологии, младший научный сотрудник

*Р.Р. Мулюков*, доктор физико-математических наук, профессор, директор

*Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа (Россия)*

**Ключевые слова:** твердофазная сварка; слои интерметаллидов; наноструктурная прослойка; аустенитно-мартенситное превращение; прочность соединения.

**Аннотация:** Исследовали твердофазное соединение титанового сплава ПТ-3В (Ti-4,2Al-1,6V) и стали 12X18H10T через наноструктурную прослойку из сплава Х2Н98. В процессе соединения при температурах 650, 700, 750 и 800 °С в зоне контакта образуются слои интерметаллидов Ti<sub>2</sub>Ni, TiNi, TiNi<sub>3</sub>. Известно, что при сварке давлением титанового сплава и никеля на границе образуются сплошные слои этих интерметаллидов. Именно по этим слоям и происходит разрушение. Наиболее вероятной причиной разрушения является скачок коэффициента термического расширения (КТР) при аустенитно-мартенситном превращении с образованием слоя TiNi, в результате которого на стадии охлаждения с температуры сварки в соседних хрупких слоях Ti<sub>2</sub>Ni и TiNi<sub>3</sub> образуются трещины. Легирование сплава TiNi хромом в пределах 1–2 % приводит к значительному снижению температурного интервала аустенитно-мартенситного превращения.

На границе TiNi<sub>3</sub>/Х2Н98 происходит образование тонкого слоя TiCr<sub>2</sub>, препятствующего диффузии хрома и никеля в формирующиеся слои интерметаллидов Ti<sub>2</sub>Ni, TiNi и TiNi<sub>3</sub>. Это приводит к формированию более тонких слоев интерметаллидов в зоне соединения ПТ-3В/Х2Н98, чем при сварке через никелевую прослойку. Применение сплава Х2Н98 привело к легированию интерметаллида TiNi хромом в количестве 0,2–0,6 ат. %, что, по-видимому, снизило температуру аустенитно-мартенситного превращения ниже комнатной температуры, изменило вид и местоположение трещин в сварном шве. При использовании прослойки из сплава Х2Н98 наибольшая прочность на растяжение  $\sigma_B = 390 \pm 20$  МПа достигается после сварки при  $T = 700$  °С, 20 мин. Повышение времени выдержки при 700 °С или увеличение температуры приводят к снижению прочности.

### ВВЕДЕНИЕ

Совмещение высоких коррозионных и механических свойств титанового сплава и прочности стали в одном изделии позволит расширить технологические возможности машиностроения, аэрокосмической и химической промышленности. Диффузионная сварка при соединении однородных материалов, в частности проявляющих сверхпластичность титановых сплавов, может быть эффективным технологическим процессом [1; 2]. Особый интерес для авиации и космонавтики представляют трехслойные полые конструкции, позволяющие снизить вес [3; 4]. Актуально получить многослойные конструкции из разнородных материалов. Существуют различные методы соединения разнородных материалов [5–7]. Известны способы соединения нержавеющей стали и титановых сплавов [8; 9]. Однако получение надежных соединений этих сплавов связано с рядом трудностей, и в частности, с образованием хрупких интерметаллидов системы Ti-Fe [10]. Для преодоления этой проблемы S. Kundu с соавторами предложили использовать никелевую прослойку [11–14]. Были исследованы соединения с нержавеющей сталью как технически чистого титана [11–13], так и сплава типа ВТ6 [14], при этом авторы использовали никелевую прослойку с крупнозернистой микроструктурой.

При сварке давлением на границе титанового сплава и никеля образуются сплошные слои интерметаллидов Ti<sub>2</sub>Ni, TiNi, TiNi<sub>3</sub>. Именно по этим слоям и происходит разрушение. Использование наноструктурной никелевой прослойки позволяет снизить температуру соеди-

нения и уменьшить время сварки [15–17]. Наиболее вероятной причиной разрушения является скачок КТР при аустенитно-мартенситном превращении в слое TiNi, в результате которого на стадии охлаждения с температуры сварки в слоях Ti<sub>2</sub>Ni и TiNi<sub>3</sub> образуются трещины [16]. Легирование сплава TiNi хромом в пределах 1–2 % приводит к значительному снижению температурного интервала аустенитно-мартенситного превращения [18; 19]. Нам представляется, что использование в качестве прокладки вместо никеля сплава никель-хром, благодаря снижению температурного интервала аустенитно-мартенситного превращения ниже комнатной температуры, позволит улучшить прочность сварного шва при комнатной температуре.

Цель работы – исследование влияния температуры и времени сварки давлением на прочность соединения титанового сплава и нержавеющей стали через прослойку сплава Х2Н98.

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Размеры исходных образцов титанового сплава ПТ-3В и нержавеющей стали 12X18H10T составляли 4×4×16 мм<sup>3</sup>. Для получения в никеле и сплаве Х2Н98 ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры их деформировали методом кручения под квазигидростатическим давлением 5 ГПа, 5 оборотов [20]. Сварку давлением образцов стали и титанового сплава осуществляли через прослойку сплава Х2Н98 (Ni-2 ат. %Cr) толщиной 0,2 мм на установке АЛА-ТОО (тип ИМАШ 20-78) (см. рис. 1). Режимы сварки: давление  $P = 4$  МПа, температура  $T = 650, 700,$



750 и 800 °С, время сварки  $\tau=20, 60, 120, 180$  мин., давление вакуума  $P=2 \times 10^{-3}$  Па.

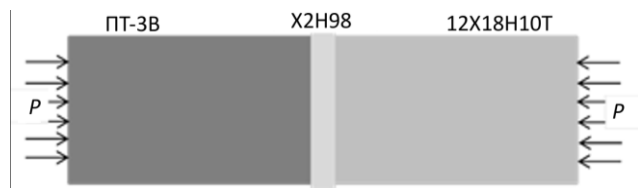


Рис. 1. Схема сварки давлением

Полученные образцы разрезали на электроэрозионном станке как перпендикулярно, так и под углом 30° к поверхности сварного шва. Далее образцы шлифовали абразивной шкуркой, полировали алмазными пастами различной зернистости и коллоидной суспензией OP-S (Struers) с размером абразива 0,04 мкм. Микроструктуру исследовали с помощью растрового электронного микроскопа Tescan Mira 3, состав зоны соединения определяли с помощью приставки для энергодисперсионного анализа Oxford Instruments X-act. Образцы для испытаний на разрыв вырезали на электроэрозионном станке и затем шлифовали. Испытания на разрыв проводили при комнатной температуре со скоростью деформирования 1 мм/мин. Для измерения среднего значения предела прочности на растяжение ( $\sigma_B$ ) использовали три образца.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Использование прослойки из сплава X2H98 при сварке давлением титанового сплава и нержавеющей стали при  $T=700$  °С и времени выдержки 20 мин. позволило получить соединение прочностью  $\sigma_B=390 \pm 20$  МПа. При повышении температуры сварки происходит снижение прочности соединения (см. рис. 2 а). Увеличение времени сварки давлением при  $T=700$  °С (рис. 2 б) привело к снижению прочности соединения.

Исследование микроструктуры зоны соединения выявило следующую закономерность. После сварки при  $T=650$  °С обнаруживается цепочка пор по границе  $TiNi_3/X2H98$  (см. рис. 3 а). После сварки при 700 °С пор и трещин в зоне шва не видно (см. рис. 3 б). После

сварки при 750 °С обнаруживается трещина в слое  $TiNi_3/X2H98$  (см. рис. 3 в), а после сварки при 800 °С – в слое  $Ti_2Ni$  (см. рис. 3 г).

На рисунке 4 представлены диффузионные профили после сварки при  $T=700$  и 800 °С. Использование прослойки из сплава X2H98 замедлило образование интерметаллидов  $Ti_2Ni$ ,  $TiNi$ ,  $TiNi_3$ . Так после сварки давлением при  $T=700$  °С в зоне соединения титановый сплав/X2H98 присутствует только  $TiNi$ , а интерметаллид  $TiNi_3$  не обнаруживается. В составе интерметаллидов титана и никеля присутствует Cr. Так в слое  $TiNi$  содержание Cr после сварки при  $T=700, 750$  и 800 °С составляет примерно 0,2 %, 0,25 %, и 0,6 %, соответственно. Основная часть Cr накапливается в тонкой области у границы слоя  $TiNi_3$  и прослойки X2H98. В этом слое соотношение Cr к Ti близко к 2:1, что свидетельствует об образовании интерметаллида  $TiCr_2$  (рис. 4).

Толщины интерметаллидных слоев после сварки через сплав X2H98 при  $T=700$  °С примерно такие же, как и в случае использования в качестве прослойки Ni (см. рис. 5 а, в) [12]. Выше  $T=700$  °С суммарная толщина интерметаллидных слоев меньше, чем в случае применения никелевой прослойки [12]. Особенно сильна разница в толщине после сварки при  $T=750$  °С, в этом случае толщина интерметаллидных слоев отличаются более чем в 2 раза (4 мкм в случае X2H98 и 8,5 мкм в случае Ni). При  $T=800$  °С разница уменьшается (9,5 мкм против 11 мкм, соответственно). Зависимость толщины интерметаллидных слоев от времени сварки неравномерная: наиболее быстро толщина интерметаллидов растет в первые 60 мин., далее прирост толщины замедляется (рис. 5 б).

Наибольшая прочность наблюдается после сварки при 700 °С, и разрушение проходит по граничной зоне X2H98/нержавеющая сталь, тогда как при использовании прослойки из никеля разрушение проходит по интерметаллидным слоям  $TiNi_3$  и  $Ti_2Ni$ . В настоящий момент не совсем ясно, почему при различии зон разрушения значения  $\sigma_B$  равны для случаев использования прослоек из никеля и X2H98. Ресурса для увеличения прочности соединения по поверхности X2H98/нержавеющая сталь путем увеличения времени сварки нет, так как увеличение времени выдержки продолжительнее 20 мин. при 700 °С приводит к уменьшению  $\sigma_B$  (см. рис. 2 б), при этом разрушение происходит по границы слоя  $TiNi_3$  и прослойки X2H98,

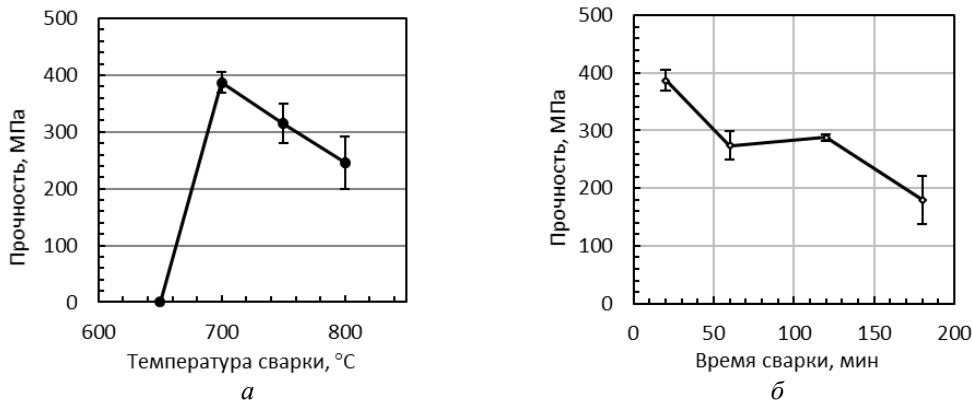
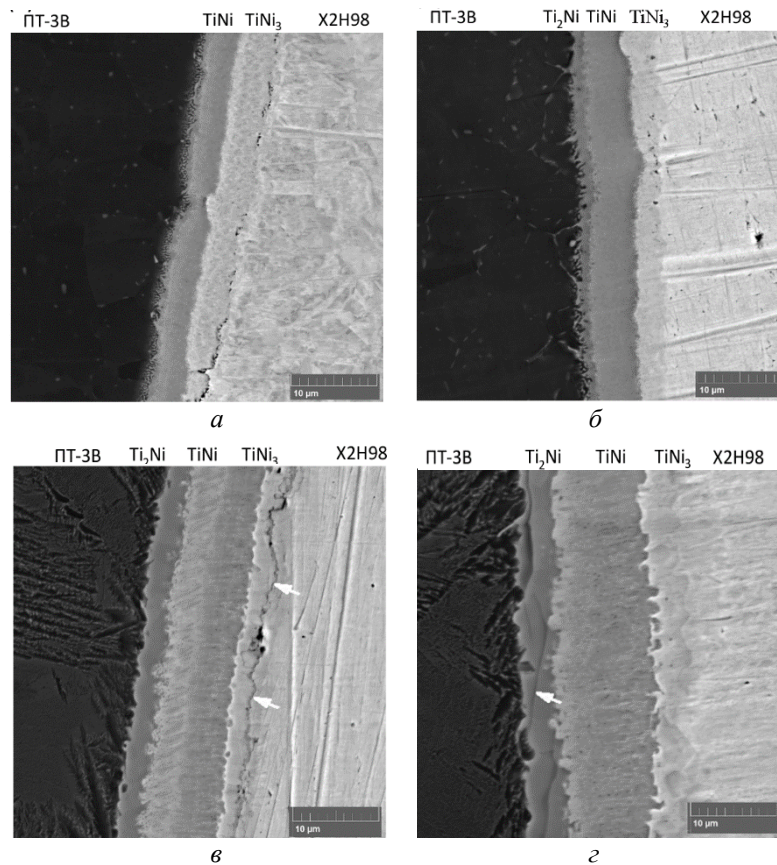
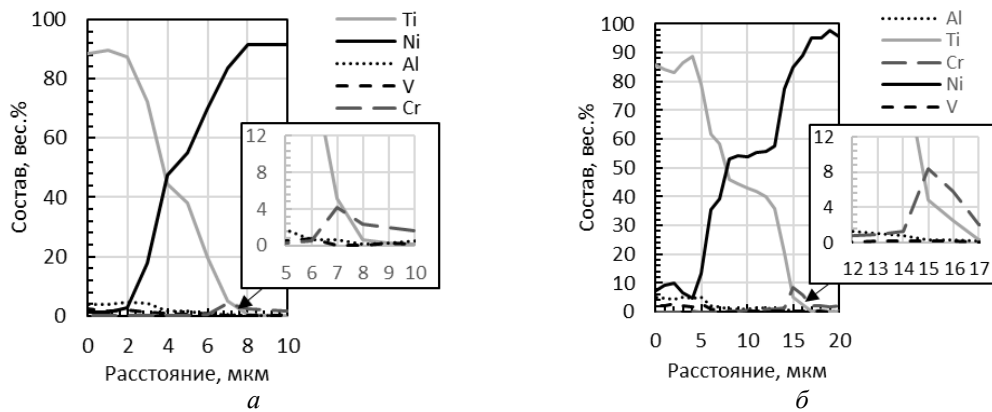


Рис. 2. Зависимость прочности соединения титанового сплава и нержавеющей стали через прослойку X2H98: а – от температуры сварки давлением, б – от времени сварки



**Рис. 3.** Микроструктура зоны соединения титановый сплав/X2H98 после сварки в течение 20 мин. при температуре: а – 650 °С, б – 700 °С, в – 750 °С, г – 800 °С. Стрелками показаны трещины в слоях  $Ti_3Ni/X2H98$  (в) и  $Ti_2Ni$  (г)



**Рис. 4.** Химический состав в зоне соединения титановый сплав/X2H98: а – после сварки при 700 °С, б – после сварки при 800 °С

а также  $Ti_2Ni$ . Снижение времени выдержки в исследуемом интервале температур и давлений при сварке может привести к уменьшению качества соединения, так как снизится общая степень деформации в зоне контакта нержавеющей стали – X2H98, по которому уже происходит разрушение. По-видимому, для увеличения  $\sigma_B$  необходимо увеличить давление при сварке.

Несмотря на то, что хром сильно снижает температуру аустенитно-мартенситного превращения, образующийся слой интерметаллида  $TiCr_2$  связывает часть хрома, препятствует диффузии элементов и создает растя-

гивающие напряжения на границе раздела слоя  $TiNi_3$  и X2H98. В дальнейшей работе планируется использовать легирующие добавки, снижающие температуру аустенитно-мартенситного превращения, но не приводящие к образованию интерметаллидов с титаном. Важно также скорректировать толщину прослойки, т.к. даже при  $T=800$  °С суммарная толщина диффузионного слоя не превышает 30 мкм, а прочность шва приблизилась к нижней границе прочности никеля (450–640 МПа), поэтому имеет смысл уменьшить толщину прослойки до 30 мкм.

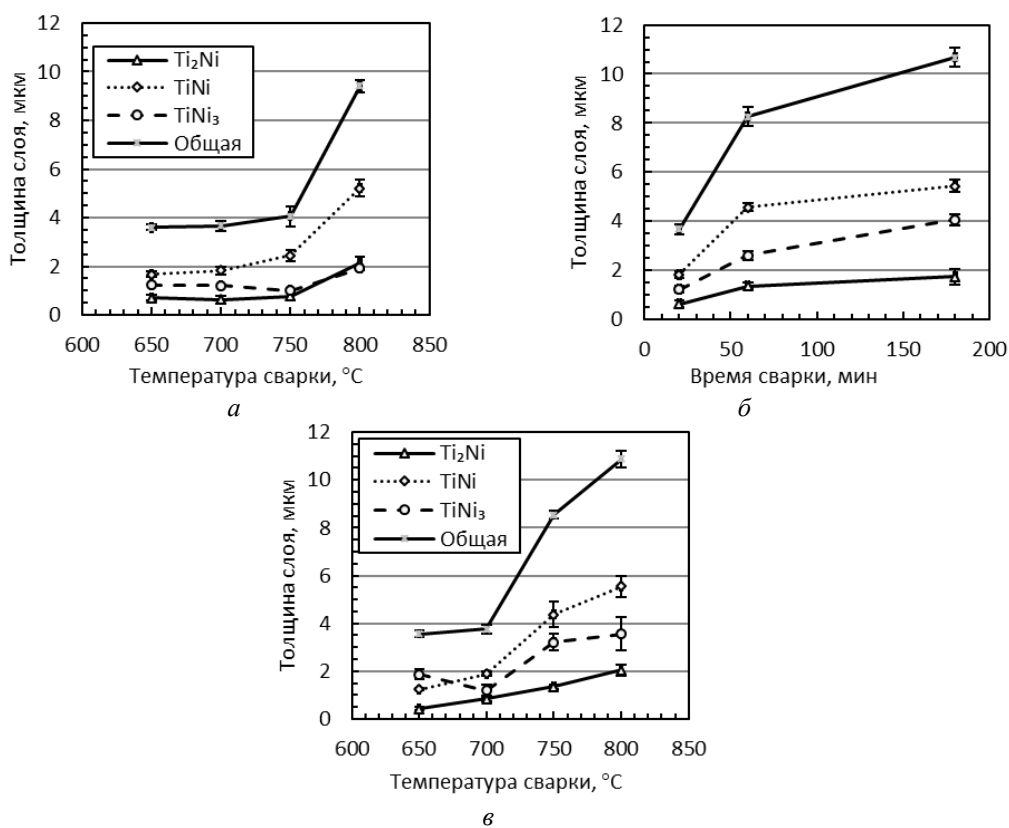


Рис. 5. Зависимость толщины интерметаллидных слоев от:  
 а, в – температуры сварки, б – времени сварки;  
 в – сварка давлением в течение 20 мин. с использованием прослойки Ni [4]

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Применение сплава X2H98 в качестве сварочной прослойки привело к легированию интерметаллида  $\text{TiNi}$  хромом в количестве 0,2–0,6 ат. %, что, по-видимому, снизило температуру аустенитно-мартенситного превращения ниже комнатной температуры, изменило вид и местоположение трещин в сварном шве.

2. При сварке через прослойку из сплава X2H98 происходит образование тонкого барьерного слоя  $\text{TiCr}_2$ , препятствующего диффузии хрома и никеля в формирующиеся слои интерметаллидов  $\text{Ti}_2\text{Ni}$ ,  $\text{TiNi}$  и  $\text{TiNi}_3$ . При одинаковых условиях сварки это приводит к формированию более тонких слоев интерметаллидов в зоне соединения ПТ-3В/X2H98, чем при сварке через никелевую прослойку.

3. При использовании прослойки из сплава X2H98 наибольшая прочность сварного соединения на растяжение, составляющая  $\sigma_B=390\pm 20$  МПа, достигается после сварки при  $T=700$   $^{\circ}\text{C}$ , 20 мин. Повышение времени выдержки при 700  $^{\circ}\text{C}$  или увеличение температуры приводят к снижению прочности.

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лутфуллин Р.Я. Сверхпластичность и твердофазное соединение наноструктурированных материалов. Часть 1. Влияние размера зерна на твердофазную свариваемость

сверхпластичных сплавов // Письма о материалах. 2011. Т. 1. № 1. С. 59–64.

2. Лутфуллин Р.Я. Сверхпластичность и твердофазное соединение наноструктурированных материалов (Обзор). Часть II. Физическая модель формирования твердофазного соединения в титановом сплаве в условиях низкотемпературной сверхпластичности // Письма о материалах. 2011. Т. 1. № 2. С. 88–91.
3. Сафиуллин Р.В. Сверхпластическая формовка и сварка давлением многослойных полых конструкций. Часть I. Международный опыт // Письма о материалах. 2012. Т. 2. № 1. С. 32–35.
4. Сафиуллин Р.В. Сверхпластическая формовка и сварка давлением многослойных полых конструкций. Часть II. Опыт ИПСМ РАН // Письма о материалах. 2012. Т. 2. № 1. С. 36–39.
5. Шоршоров М.Х., Каракозов Э.С. Расчеты режимов сварки давлением. Ленинград: ЛДНТП, 1969. 31 с.
6. Рябов В.Р., Рабкин Д.М., Курочка Р.С., Стрижевская Л.Г. Сварка разнородных металлов и сплавов. М.: Машиностроение, 1984. 239 с.
7. Каракозов Э.С. Сварка металлов давлением. М.: Машиностроение, 1986. 280 с.
8. Шоршоров М.Х. Металловедение сварки стали и сплавов титана. М.: Наука, 1965. 336 с.
9. Петренко В.Р., Киреев Л.С., Пешков В.В. Сварка титана со сталью. Воронеж: ВГТУ, 2004. 173 с.
10. Корнилов И.И., Борыскина Н.Г. Диаграмма состояния системы титан-железо // ДАН СССР. 1956. Т. 108. № 6. С. 1063–1085.

11. Kundu S., Chatterjee S. Characterization of diffusion bonded joint between titanium and 304 stainless steel using a Ni interlayer // *Materials Characterization*. 2008. Vol. 59. P. 631–637.
12. Kundu S., Chatterjee S. Structure and properties of diffusion bonded transition joints between commercially pure titanium and type 304 stainless steel using a nickel interlayer // *Journal Materials Science*. 2007. Vol. 42. P. 7906–7912.
13. Kundu S., Chatterjee S., Olson D., Mishra B. Effects of intermetallic phases on the bond strength of diffusion-bonded joints between titanium and 304 stainless steel using nickel interlayer // *Metallurgical and materials transactions A*. 2007. Vol. 38A. P. 2053–2060.
14. Thirunavukarasu G., Kundu S., Mishra B., Chatterjee S. Effect of Bonding Temperature on Interfacial Reaction and Mechanical Properties of Diffusion-Bonded Joint Between Ti-6Al-4V and 304 Stainless Steel Using Nickel as an Intermediate Material // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2014. Vol. 45A. P. 2067–2077.
15. Хазгалиев Р.Г., Мухаметрахимов М.Х., Мулюков Р.Р., Лутфуллин Р.Я. Твердофазное соединение титанового сплава с нержавеющей сталью через наноструктурированную прослойку из никелевого сплава // *Перспективные материалы*. 2011. № 12. С. 529–534.
16. Хазгалиев Р.Г., Мухаметрахимов М.Х., Имаев М.Ф., Шаяхметов Р.У., Мулюков Р.Р. Особенности разрушения твердофазного соединения титановый сплав-никель-нержавеющая сталь // *Известия высших учебных заведений. Физика*. 2015. Т. 58. № 6. С. 74–79.
17. Хазгалиев Р.Г., Имаев М.Ф., Мулюков Р.Р. Исследование возможности упрочнения соединения титанового сплава с коррозионноустойчивой сталью, полученного диффузионной сваркой через промежуточную прослойку // *Деформация и Разрушение Материалов*. 2017. № 5. С. 18–24.
18. Uchil J., Mohanchandra K.P., Ganesh Kumara K., Mahesh K.K., Murali T.P. Thermal expansion in various phases of Nitinol using TMA // *Physica B*. 1999. Vol. 270. P. 289–297.
19. Otsuka K., Ren X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys // *Progress in Materials Science*. 2005. Vol. 50. P. 511–678.
20. Хисамов Р.Х., Сафаров И.М., Мулюков Р.Р., Юмагузин Ю.М. Влияние границ зерен на работу выхода электрона нанокристаллического никеля // *Физика твердого тела*. 2013. Т. 55. № 1. С. 3–6.
4. Safiullin R.V. Superplastic forming and pressure welding of multilayer hollow structures Part II. Experience of IMSP RAS. *Pisma o materialakh*, 2012, vol. 2, no. 1, pp. 36–39.
5. Shorshorov M.Kh., Karakozov E.S. *Raschety rezhimov svarki davleniem* [Calculations of pressure welding modes]. Leningrad, LDNTP Publ., 1969. 31 p.
6. Ryabov V.R., Rabkin D.M., Kurochka R.S., Strizhevskaya L.G. *Svarka raznorodnykh metallov i splavov* [Welding of dissimilar metals and alloys]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1984. 239 p.
7. Karakozov E.S. *Svarka metallov davleniem* [Welding of metals pressure]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1986. 280 p.
8. Shorshorov M.Kh. *Metallovedenie svarki stali i splavov titana* [Physical Metallurgy of Steel and Titanium-Alloy Welding]. Moscow, Nauka Publ., 1965. 336 p.
9. Petrenko V.R., Kireev L.S., Peshkov V.V. *Svarka titana so stalyu* [Welding of titanium with steel]. Voronezh, VGTU Publ., 2004. 173 p.
10. Kornilov I.I., Boryskina N.G. Diagram of the state of the titanium-iron system. *DAN SSSR*, 1956, vol. 108, no. 6, pp. 1063–1085.
11. Kundu S., Chatterjee S. Characterization of diffusion bonded joint between titanium and 304 stainless steel using a Ni interlayer. *Materials Characterization*, 2008, vol. 59, pp. 631–637.
12. Kundu S., Chatterjee S. Structure and properties of diffusion bonded transition joints between commercially pure titanium and type 304 stainless steel using a nickel interlayer. *Journal Materials Science*, 2007, vol. 42, pp. 7906–7912.
13. Kundu S., Chatterjee S., Olson D., Mishra B. Effects of intermetallic phases on the bond strength of diffusion-bonded joints between titanium and 304 stainless steel using nickel interlayer. *Metallurgical and materials transactions A*, 2007, vol. 38A, pp. 2053–2060.
14. Thirunavukarasu G., Kundu S., Mishra B., Chatterjee S. Effect of Bonding Temperature on Interfacial Reaction and Mechanical Properties of Diffusion-Bonded Joint Between Ti-6Al-4V and 304 Stainless Steel Using Nickel as an Intermediate Material. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2014, vol. 45A, pp. 2067–2077.
15. Khazgaliev R.G., Mukhametrakhimov M.Kh., Mulyukov R.R., Lutfullin R.Ya. Solidphase compound of titanium alloy with stainless steel through the nickel alloy-based nanostructured layer. *Perspektivnye materialy*, 2011, no. 12, pp. 529–534.
16. Khazgaliev R.G., Mukhametrakhimov M.Kh., Имаев М.Ф., Шаяхметов Р.У., Мulyukov R.R. Special features of fracture of a solid-state titanium alloy – nickel – stainless steel joint. *Russian physics journal*, 2015, vol. 58, no. 6, pp. 822–827.
17. Khazgaliev R.G., Имаев М.Ф., Мulyukov R.R. Strengthening possibility investigation of joint of titanium alloy and stainless steel made by diffusion welding through interlayer. *Deformatsiya i Razrushenie Materialov*, 2017, no. 5, pp. 18–24.
18. Uchil J., Mohanchandra K.P., Ganesh Kumara K., Mahesh K.K., Murali T.P. Thermal expansion in various phases of Nitinol using TMA. *Physica B*, 1999, vol. 270, pp. 289–297.

## REFERENCES

1. Lutfullin R.Ya. Superplasticity and solid-phase bonding of nanostructured materials Part I. The effect of grain size on the solid-phase weldability of superplastic alloys. *Pisma o materialakh*, 2011, vol. 1, no. 1, pp. 59–64.
2. Lutfullin R.Ya. Superplasticity and solid-phase bonding of nanostructured materials (Review) Part II. The model of the solid-phase joint formation in titanium alloy under conditions of low temperature superplasticity. *Pisma o materialakh*, 2011, vol. 1, no. 2, pp. 88–91.
3. Safiullin R.V. Superplastic forming and pressure welding of multilayer hollow structures Part I. International experience. *Pisma o materialakh*, 2012, vol. 2, no. 1, pp. 32–35.

19. Otsuka K., Ren X. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. *Progress in Materials Science*, 2005, vol. 50, pp. 511–678.
20. Khisamov R.K., Safarov I.M., Mulyukov R.R., Yumaguzin Y.M. Effect of grain boundaries on the electron work function of nanocrystalline nickel. *Physics of the Solid State*, 2013, vol. 55, no. 1, pp. 1–4.

**THE INFLUENCE OF TEMPERATURE AND TIME OF PRESSURE WELDING  
ON THE FORMATION OF A JOINT BETWEEN THE TITANIUM ALLOY AND Ni-2 %Cr ALLOY**

© 2017

**I.I. Ibragimova**, graduate student

*Ufa State Aviation Technical University, Ufa (Russia)*

**R.G. Khazgaliev**, Master of Engineering and Technology, junior researcher

**M.F. Imayev**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), leading researcher

**R.R. Mulyukov**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Director

*Institute of Problems of Superplasticity of Metals of RAS, Russian Academy of Sciences, Ufa (Russia)*

**Keywords:** solidphase welding; intermetallic layers; nanostructured interlayer; austenitic-martensitic transformation; bond strength.

**Abstract:** The authors studied the solidphase joining of the PT-3V (Ti-4.2Al-1.6V) titanium alloy and 12H18N10T stainless steel through the nanostructured interlayer of Ni-2 % Cr alloy. In the process of joining at the temperatures of 650, 700, 750 and 800 °C, the Ti<sub>2</sub>Ni, TiNi and TiNi<sub>3</sub> intermetallic layers are formed in the contact zone. It is known, that during pressure welding of the titanium alloy and nickel, the solid layers of these intermetallides are formed at the bond interface. The destruction occurs just along these layers. The most probable cause of destruction is a jump of the coefficient of thermal expansion (CTE) during the austenitic-martensitic transformation with the TiNi layer formation, which results in the cracks in the adjacent brittle Ti<sub>2</sub>Ni and TiNi<sub>3</sub> layers at the stage of cooling from the welding temperature. The alloying of TiNi with chromium within 1–2 % leads to the significant decrease in the temperature range of austenitic-martensitic transformation.

At the TiNi<sub>3</sub>/Ni-2 % Cr interface, a thin TiCr<sub>2</sub> layer is formed, which prevents the diffusion of chromium and nickel into the Ti<sub>2</sub>Ni, TiNi, and TiNi<sub>3</sub> intermetallic layers. This leads to the formation of thinner layers of intermetallides at the PT-3V/Ni-2 % Cr contact zone. The application of Ni-2 % Cr alloy led to the alloying of TiNi intermetallic chromium in the amount of 0.2–0.6 at % that lowered the temperature of austenitic-martensitic transformation below the room temperature and changed the appearance and location of cracks in the weld seam. When applying the Ni-2 % Cr alloy interlayer the greatest tensile strength of 390±20 MPa is achieved after welding at T=700 °C during 20 min. The increase of holding time at the temperature of 700 °C or the increase of temperature lead to the strength reduction.

## ВЛИЯНИЕ ДИФфуЗИОННЫХ ПРОЦЕССОВ НА САМООРГАНИЗАЦИЮ ПОВЕРХНОСТИ МНОГОСЛОЙНОГО ПЛЕНОЧНОГО ПОКРЫТИЯ

© 2017

*С.А. Костырко*, кандидат физико-математических наук, доцент

*Г.М. Шувалов*, аспирант

*Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург (Россия)*

**Ключевые слова:** тонкопленочное покрытие; морфологическая устойчивость; диффузия; концентрация напряжений.

**Аннотация:** Многослойные пленочные покрытия получили широкое применение в электронной и оптоэлектронной промышленности. Однако технология производства устройств требует, чтобы наличие дефектов в них было сведено к минимуму, в противном случае их рабочие свойства будут неудовлетворительными. В последние годы принято считать, что основной причиной образования дефектов в пленочных покрытиях является формирование рельефа поверхности пленки. Шероховатость поверхности пленки может образовываться как при ее осаждении, так и при последующей термической обработке. Моделирование процесса самоорганизации поверхности тонкопленочного покрытия позволит улучшить понимание данного явления.

В статье рассмотрена двумерная модель твердого тела с многослойным пленочным покрытием. Малое возмущение формы поверхности пленки описывается произвольной периодической функцией. На основе термодинамического подхода Гиббса получено эволюционное уравнение поверхности пленки при комбинированном действии поверхностной диффузии, определяемой производной химического потенциала вдоль поверхности, и объемной диффузии, связанной с изменением напряжений вдоль криволинейной поверхности и капиллярным эффектом.

На основе первого приближения метода возмущений проведен численный анализ морфологической устойчивости плоской формы поверхности двухслойного пленочного покрытия при действии диффузионных процессов. В качестве основных параметров задачи рассматривались длина волны начального возмущения, относительные модули упругости материалов пленочной системы, доля поверхностной и объемной диффузии в процессе массопереноса, остаточные напряжения. Важной особенностью представленного исследования является то, что посредством учета объемной диффузии был проведен анализ влияния знака напряжений. Было показано, что при увеличении доли объемной диффузии происходит сглаживание рельефа в случае растягивающих усилий. Для сжимающих усилий объемная диффузия, как и поверхностная, является дестабилизирующим процессом.

### ВВЕДЕНИЕ

С развитием технического прогресса возрастает интенсивность режимов работы приборов, увеличиваются эксплуатационные температуры и давления. Чтобы удовлетворить необходимым требованиям, нужно использовать новые материалы с улучшенными функциональными свойствами. Один из вариантов получения подобных материалов – использование тонкопленочных покрытий.

Несмотря на значительный успех применения тонкопленочных покрытий, существует возможность разрушения материалов, используемых при создании устройств микроэлектронной промышленности, что является существенным барьером при совершенствовании их функциональных свойств. Наличие остаточных напряжений в пленках, нанесенных на подложки, и влияние напряженного состояния на расслаивание и растрескивание были обнаружены еще на заре их использования. Механические повреждения изделий часто являются результатом хрупкого разрушения или пластической деформации, вызванных поверхностными дефектами и неоднородностями, которые образуются в процессе производства и эксплуатации устройств, а также при различных фазовых превращениях [1–3]. Таким образом, технология производства микроустройств требует, чтобы наличие дефектов в них было сведено к минимуму, иначе их рабочие характеристики будут неудовлетворительными.

В последние годы установлено, что основной причиной формирования дефектов в пленочных покрытиях является образование рельефа поверхности. Самоорга-

низация поверхности твердого тела, вызванная полем напряжений, является темой многочисленных исследований ввиду ее важности при изготовлении материалов с малыми линейными размерами. Установлено, что первоначально плоская форма поверхности при определенных условиях является неустойчивой к малым возмущениям. Проблема морфологической неустойчивости поверхности твердого тела, находящегося в напряженном состоянии, впервые была рассмотрена R.J. Asaro и W.A. Tiller [4] при анализе роли поверхностной диффузии в процессе коррозионного растрескивания. Однако в их анализе не учитывалось действие объемной диффузии, так как считалось, что она протекает достаточно медленно при температурах, характерных для процесса коррозионного растрескивания. Стоит заметить, что подобного рода исследования проводились также M.A. Grinfeld [5] и D.J. Srolovitz [6] независимо друг от друга.

Феномен морфологической потери устойчивости подтверждается и многими экспериментальными исследованиями [7; 8], в которых рассматривались различные формы возмущения. При помощи нелинейного анализа в работах W.H. Yang, D.J. Srolovitz [9] и B.J. Spencer, D.I. Meiron [10] было показано, что при потере морфологической устойчивости форма искривления поверхности напряженного твердого тела с течением времени переходит от слабой волнистости к острым трещинообразным впадинам. В случае эпитаксиальных и гетероэпитаксиальных пленочных покрытий развитие такого рельефа может привести к тому, что

пленка распадется на отдельные островки [11]. В работе [12] исследовалась проблема потери устойчивости плоской формы поверхности пленочного покрытия в результате действия поверхностной диффузии, при этом учитывалось влияние поверхностных напряжений, что позволило выявить зависимость критической длины волны возмущения от знака продольных усилий.

Поверхностная диффузия является одним из основных, но не единственным механизмом образования регулярных структур на поверхности твердых тел. Так, в работе [13] было показано, что вклад объемной диффузии в искривление поверхности однослойного пленочного покрытия зависит от знака продольных усилий. Однако наибольший интерес с точки зрения как практического, так и фундаментального аспекта рассматриваемой проблематики представляет исследование причин образования рельефа на поверхности многослойных пленочных покрытий.

Цель работы – обобщение решенной ранее задачи о морфологической устойчивости предварительно напряженного пленочного покрытия к малым диффузионным возмущениям на случай многослойных структур. На основе полученного решения предполагается изучить влияние физических и геометрических параметров двухслойного пленочного покрытия на процесс самоорганизации поверхности в ходе релаксации возникших при напылении напряжений несоответствия.

### ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Хорошо известно, что многослойные пленочные структуры находятся в напряженном состоянии ввиду рассогласования параметров кристаллических решеток разных слоев. Для релаксации возникших напряжений такого рода системы могут перераспределять материал на поверхности путем диффузионного массопереноса как вдоль поверхности, так и вглубь материала, что приводит к образованию рельефа и минимизации полной свободной энергии. Таким образом, в качестве основных механизмов потери морфологической устойчивости поверхности пленки будем рассматривать поверхностную и объемную диффузии.

Модель многослойного пленочного покрытия толщины  $h_f = \sum_{l=1}^N h_l$ , осажденного на подложку толщины  $h_s \gg h_f$  и находящегося в условиях плоской деформации, представим в виде неоднородной упругой плоскости  $\Omega = \bigcup_{l=1}^{N+1} \Omega_l$  комплексной переменной  $z = x_1 + ix_2$  с прямолинейными межфазными границами  $\Gamma_j$ .

$$\Omega_l = \{z : H_{l+1} < \text{Im}z < H_l, \text{Re}z \in \mathbb{R}^1\},$$

$$H_N = h_N, H_{N+1} = 0, H_l = H_{l+1} + h_l, l = \overline{1, N},$$

$$\Omega_{N+1} = \{z : \text{Im}z < 0, \text{Re}z \in \mathbb{R}^1\}, \quad (1)$$

$$\Gamma_j = \{z : z \equiv z_j = x_1 + iH_j\}, i^2 = -1, j = \overline{2, N+1}.$$

Морфологию поверхности пленки будем описывать посредством синусоидальной функции:

$$\Gamma_1 = \{z : z \equiv z_1 = x_1 + i[H_1 + A(\tau) \cos kx_1]\}, \quad (2)$$

$$\max |A(\tau)| / \lambda = \varepsilon(\tau) \ll 1 \forall \tau, k = 2\pi / \lambda, A(0) = a.$$

Пусть поверхность  $\Gamma_1$  свободна от нормальных  $\sigma_{nn}$  и касательных  $\sigma_{nt}$  усилий, а на межфазных границах отсутствуют скачки напряжений  $\sigma = \sigma_{nn} + i\sigma_{nt}$  и перемещений  $u = u_1 + iu_2$ , где  $u_1$  и  $u_2$  – компоненты вектора перемещений вдоль осей  $x_1$  и  $x_2$  соответственно

$$\sigma(z_1) = 0, z_1 \in \Gamma_1,$$

$$\Delta u(z_j) = u^+ - u^- = 0, \Delta \sigma(z_j) = \sigma^+ - \sigma^-, \quad (3)$$

$$u^\pm = \lim_{z \rightarrow z_j \pm iH_j} u(z), \sigma^\pm = \lim_{z \rightarrow z_j \pm iH_j} \sigma(z), z_j \in \Gamma_j.$$

В подложке  $\Omega_{N+1}$  действует постоянное продольное напряжение  $\sigma_{N+1}$ , при этом все остальные напряжения, а также угол поворота  $\omega$  материальной частицы на бесконечности равны нулю.

$$\sigma_{22}^\infty - i\sigma_{12}^\infty = 0, \sigma_{11}^\infty = \sigma_{N+1}, \omega^\infty = 0, \quad (4)$$

$$\sigma_{ij}^\infty = \lim_{x_2 \rightarrow -\infty} \sigma_{ij}, \omega^\infty = \lim_{x_2 \rightarrow -\infty} \omega.$$

Задача состоит в нахождении зависимости амплитуды  $A$  от времени  $\tau$  при учете поверхностной диффузии и упругого деформирования тела с поверхностным слоем переменной толщины. Значения параметров задачи, при которых  $\lim_{\tau \rightarrow \infty} A(\tau) = 0$ , будут соответствовать устойчивому состоянию пленки к морфологически возмущениям вида (2).

### ИСПОЛЬЗУЕМЫЕ ПОДХОДЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Следуя работам [12–14], эволюционное уравнение формы поверхности пленки запишем следующим образом:

$$\frac{\partial h(x_1, \tau)}{\partial \tau} = -\Omega \frac{\partial J_s}{\partial s} + \Omega(-J_v), \quad (5)$$

где  $J_s$  – поток массы вещества вдоль поверхности;  $J_v$  – поток массы по нормали к поверхности:

$$J_s = -\frac{D_s C_s}{k_b T} \frac{\partial}{\partial s} (U - \kappa \gamma) \Omega, \quad (6)$$

$$J_v = -D_v \frac{\partial}{\partial n} \frac{C(x_1, x_2)}{\Omega} \Big|_{x_2 = h_f}.$$

В (5) и (6) введены обозначения:

$\Omega$  – атомный объем;

$U$  – плотность упругой энергии на поверхности пленки;

$\gamma$  – плотность поверхностной энергии;  
 $k$  – кривизна поверхности;  
 $D_s$  – коэффициент поверхностной диффузии;  
 $C_s$  – поверхностная плотность диффундирующих атомов;  
 $k_b$  – постоянная Больцмана;  
 $T$  – абсолютная температура;  
 $D_v$  – коэффициент объемной диффузии.

Концентрация вакансий в объеме тела, источники и стоки которых находятся на криволинейной поверхности, определяется следующим соотношением [15]:

$$C(x_1, x_2) = C_v + \frac{C_v \Omega}{k_b T} [\kappa \gamma + \Delta P(x_1, \tau)] e^{k(x_2 - h_f)}, \quad (7)$$

где  $C_v$  – концентрация вакансий в приповерхностном слое многослойного пленочного покрытия с плоской границей, находящихся в равновесном состоянии при заданной температуре и действии остаточного напряжения  $\sigma_1$ ;

$\Delta P(x_1, \tau)$  – вариация гидростатического давления на поверхности в результате искривления последней, равная

$$\Delta P = \frac{1}{3}(1 + \nu_1)[\sigma_{11}(z) - \sigma_1], \quad z \in \Gamma_1. \quad (8)$$

Благодаря слабому искривлению поверхности пленки, из (5)–(8) при  $\partial/\partial s \approx \partial/\partial x_1$ ,  $\partial/\partial n \approx \partial/\partial x_2$ ,  $|\partial h/\partial x_1| \ll 1$  приходим к линеаризованному уравнению движения точек поверхности  $\Gamma_1$ :

$$\frac{\partial h(x_1, \tau)}{\partial \tau} = \frac{D_s C_s \Omega^2}{k_b T} \frac{\partial^2}{\partial x_1^2} \left[ U(x_1, \tau) - \gamma \frac{\partial^2 h(x_1, \tau)}{\partial x_1^2} \right] + \frac{D_v C_v \Omega}{k_b T} k \left[ \gamma \frac{\partial^2 h(x_1, \tau)}{\partial x_1^2} + \Delta P(x_1, \tau) \right]. \quad (9)$$

В силу того, что процесс поверхностной потери устойчивости рассматривается нами в квазистатической постановке, функции  $U$  и  $\Delta P$  для каждого момента времени находятся в первом приближении решения статической краевой задачи о напряженно-деформированном состоянии многослойного композита с искривленной поверхностью. На основании комплексных потенциалов Гурса – Колосова, соотношений Мухелишвили [16], принципа суперпозиции и метода возмущений [17] решение сводится к системе интегральных уравнений Фредгольма второго рода [18]. Поскольку форма свободной границы определяется выражением (2), решение задачи в каждом приближении находится в виде рядов Фурье, аналогично тому, как это было сделано в работах [19; 20].

**ЧИСЛЕННЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ**

Решив соответствующую задачу теории упругости (1)–(4) и определив упругую энергию деформации  $U$  и вариацию гидростатического напряжения  $\Delta P$ , можем проинтегрировать уравнение (9). При этом получим зависимость амплитуды возмущения от времени, геометрических и физических параметров задачи [14]:

$$\ln\left(\frac{A(\tau)}{a}\right) = P(\lambda, h_1, \dots, h_N, \mu_1, \dots, \mu_{N+1}, \nu_1, \dots, \nu_{N+1}, \gamma, D, \sigma_1) \tau.$$

Критическое значение длины волны возмущения  $\lambda_{cr}$  определяется из условия:

$$P(\lambda, h_1, \dots, h_N, \mu_1, \dots, \mu_{N+1}, \nu_1, \dots, \nu_{N+1}, \gamma, D, \sigma_1) = 0,$$

$$D = \frac{D_v C_v}{D_s C_s}.$$

При  $\lambda > \lambda_{cr}$  будет наблюдаться потеря морфологической устойчивости. Таким образом, практический интерес представляет анализ зависимости  $\lambda_{cr}$  от параметров задачи.

Важная особенность представленного здесь анализа состоит в том, что в отличие от работ, в которых рассматривалось только действие поверхностной диффузии [12; 15], учет объемной диффузии позволяет оценить влияние знака продольных усилий на процесс морфологической потери устойчивости. В качестве примера рассмотрим двухслойное пленочное покрытие  $N=2$ . В таблице 1 приведены относительные разности критических значений длин волн для усилий разных знаков ( $\lambda_{cr}^+$  соответствует растягивающим усилиям,  $\lambda_{cr}^-$  – сжимающим) для различных конфигураций системы при  $\sigma_1=700$  МПа;  $\gamma=1$  Н/м;  $\mu_1=100$  ГПа;  $\nu_1=\nu_2=\nu_3=0,3$ ;  $D=10^{-25}$  м<sup>2</sup>;  $\Omega=4,29 \cdot 10^{-29}$  м<sup>3</sup>. Из таблицы 1 видно, что знак продольных усилий  $\sigma_1$  оказывает большее влияние для случая с мягкой верхней пленкой (относительная разность критических значений длин волн в случае растягивающих и сжимающих усилий составила 36,5%), хотя и в остальных случаях влияние знака напряжений оказалось существенным (относительная разность составила больше 18%).

**Таблица 1.** Влияние знака продольных усилий

$\mu_1/\mu_2$	0,3	0,3	3	3	
$\mu_2/\mu_3$	0,3	3	0,3	3	
$h_1$ , мкм	$h_2$ , мкм	$(\lambda_{cr}^- - \lambda_{cr}^+) / \lambda_{cr}^+ \cdot 100\%$			
0,6	0,6	36,50 %	30,65 %	18,46 %	17,97 %
1,2	0,6	24,20 %	24,06 %	21,49 %	21,42 %
0,6	1,2	33,07 %	32,22 %	18,17 %	18,14 %

Стоит отметить, что влияние параметров, рассматриваемых в таблице 1, зависит также от величины действующей нагрузки  $\sigma_1$  и коэффициента  $D$ , определяющего долю объемной диффузии.

На рис. 1 а представлен график зависимости критического значения длины волны возмущения  $\lambda_{cr}$  от величины усилий  $\sigma_1$  при различных значениях относительных жесткостей пленочной системы  $\mu_1/\mu_2$ ,  $\mu_2/\mu_3$  (кривым 1, 2 соответствуют значения  $\mu_1/\mu_2=0,3$ ,  $\mu_2/\mu_3=0,3$  и  $\mu_1/\mu_2=3$ ,  $\mu_2/\mu_3=0,3$ ) для сжимающих (пунктирные линии) и растягивающих (сплошные) продольных усилий. При этом  $h_1=h_2=0,08$  мкм;  $\gamma=1$  Н/м;  $\mu_1=100$  ГПа;  $\nu_1=\nu_2=\nu_3=0,3$ ;  $D=10^{-25}$  м<sup>2</sup>;  $\Omega=4,29 \cdot 10^{-29}$  м<sup>3</sup>. Случаю, когда верхняя пленка жестче нижней пленки, соответствует меньшее значение  $\lambda_{cr}$ . Также в случае действия



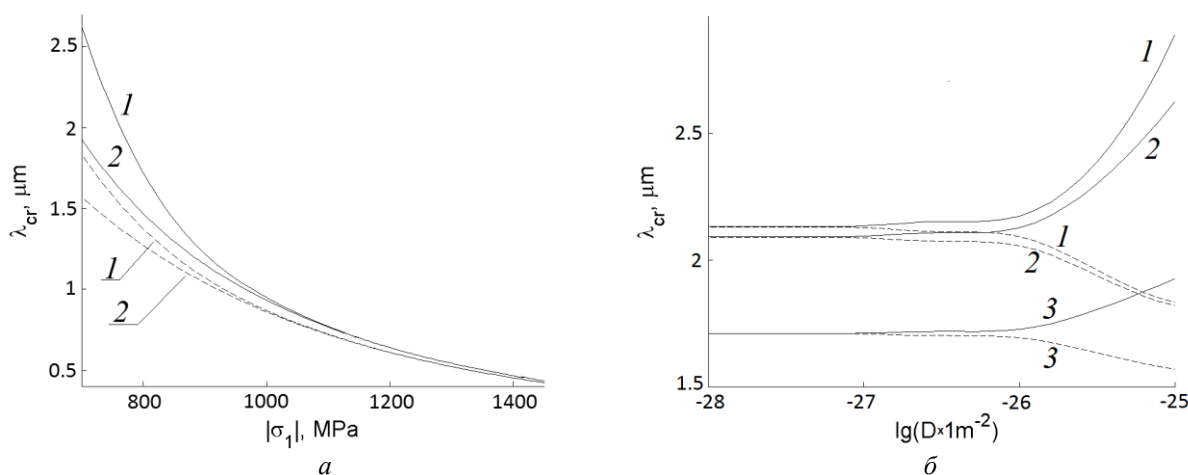


Рис. 1. Зависимость критического значения длины волны возмущения  $\lambda_{cr}$  от величины продольных усилий  $\sigma_1$  (а) и доли объемной диффузии  $D$  (б)

объемной диффузии пленочное покрытие является морфологически более устойчивым при растягивающих усилиях. Из графиков видно, что при  $\sigma_1 > 910$  МПа влияние знака усилий становится незначительным (относительная разность меньше 5 %). Кроме того, при  $\sigma_1 > 1175$  МПа перестает влиять относительная жесткость системы.

Зависимость  $\lambda_{cr}$  от доли объемной диффузии представлена на рис. 1 б. Относительные жесткости системы  $\mu_1/\mu_2=0,3$ ,  $\mu_2/\mu_3=0,3$ ;  $\mu_1/\mu_2=0,3$ ,  $\mu_2/\mu_3=3$  и  $\mu_1/\mu_2=3$ ,  $\mu_2/\mu_3=0,3$  соответствуют кривым 1–3, пунктирные линии соответствуют сжимающим продольным усилиям, сплошные – растягивающим. При этом в качестве параметров пленочного покрытия выбраны:  $h_1=h_2=0,08$  мкм;  $\gamma=1$  Н/м;  $\mu_1=100$  ГПа;  $\nu_1=\nu_2=\nu_3=0,3$ ;  $\Omega=4,29 \cdot 10^{-29}$  м<sup>3</sup>;  $\sigma_1=\pm 700$  МПа. Здесь, как и ранее, случаю, когда верхняя пленка жестче нижней, соответствуют меньшие критические значения длины волны возмущения. При этом в случае растягивающих усилий  $\lambda_{cr}$  возрастает при увеличении доли объемной диффузии, а в случае сжимающих усилий  $\lambda_{cr}$  убывает.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Представлено решение задачи о морфологической устойчивости многослойного пленочного покрытия к малым диффузионным возмущениям. В качестве основного соотношения получена явная зависимость амплитуды синусоидального возмущения от времени, физических и геометрических параметров задачи. В ходе анализа полученного соотношения сформулировано условие морфологической устойчивости, при котором начальная амплитуда рассматриваемого возмущения уменьшается со временем.

В качестве численного примера исследован процесс образования рельефа на поверхности двухслойного пленочного покрытия при совместном влиянии объемной и поверхностной диффузии. Получена зависимость критической длины волны возмущения от толщины и упругих свойств каждого слоя пленки, а также диффузионных коэффициентов и знака остаточных напряжений, возникающих в пленочной системе в силу несогласования параметров кристаллических решеток различных слоев.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ, грант № 14-01-00260.

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Pronina Y.G. Mechanochemical corrosion: Modeling and analytical benchmarks for initial boundary value problems with unknown boundaries // Springer Proceedings in Mathematics and Statistics. 2016. Vol. 171. P. 301–309.
2. Sedova O.S. Stress distribution in the neighborhood of a corrosion pit on the outer surface of an elastic spherical shell // 2nd International Conference on Emission Electronics (ICEE). Selected papers. Proceedings. Saint Petersburg, 2014. P. 78–81.
3. Sedova O.S., Pronina Yu.G. Calculation of the optimal initial thickness of a spherical vessel operating in mechanochemical corrosion conditions // 2015 International Conference “Stability and Control Processes” in Memory of V.I. Zubov (SCP). Moscow, 2015. P. 436–439.
4. Asaro R.J., Tiller W.A. Interface morphology development during stress corrosion cracking: Part I. Via surface diffusion // Metallurgical transactions. 1972. Vol. 3. № 7. P. 1789–1796.
5. Grinfeld M.A. The stress driven instabilities in elastic crystals: mathematical models and physical manifestation // Journal of Nonlinear Science. 1993. Vol. 3. № 1. P. 35–83.
6. Srolovitz D.J. On the stability of surfaces of stressed solids // Acta Metallurgica. 1989. Vol. 37. № 2. P. 621–625.
7. Torii R.H., Balibar S. Helium crystals under stress: the Grinfeld instability // Journal of Low Temperature Physics. 1992. Vol. 89. № 1-2. P. 391–400.
8. Berrehar J., Caroli C., Lapersonne-Meyer C., Schott M. Surface patterns on single-crystal films under uniaxial stress: experimental evidence for the Grinfeld instability // Physical Review B. 1992. Vol. 46. № 20. P. 13487–13495.
9. Yang W.H., Srolovitz D.J. Cracklike surface instabilities in stressed solids // Physical Review Letters. 1993. Vol. 71. № 10. P. 1593–1596.

10. Spencer B.J., Meiron D.I. Nonlinear evolution of the stress-driven morphological instability in a two-dimensional semi-infinite solid // *Acta Metallurgica et Materialia*. 1993. Vol. 42. № 11. P. 3629–3641.
11. Pang Y., Huang R. Nonlinear effect of stress and wetting on surface evolution of epitaxial thin films // *Physical Review*. 2006. Vol. 74. № 7. P. 075413.
12. Греков М.А., Костырко С.А. Устойчивость плоской формы пленочного покрытия при поверхностной диффузии // Вестник Санкт-Петербургского университета. Серия 10. Прикладная математика. Информатика. Процессы управления. 2007. № 1. С. 46–54.
13. Костырко С.А. Влияние формы возмущения на устойчивость плоской поверхности пленочного покрытия при диффузионных процессах // Вестник Санкт-Петербургского университета. Серия 1. Математика. Механика. Астрономия. 2011. № 3. С. 101–111.
14. Kostyrko S.A., Shuvalov G.M. Morphological stability of multilayer film surface during diffusion processes // 2015 International Conference “Stability and Control Processes” in Memory of V.I. Zubov (SCP). Moscow, 2015. P. 392–395.
15. Panat R., Hsia K.J., Cahill D.G. Evolution of surface waviness in thin films via volume and surface diffusion // *Journal of Applied Physics*. 2005. Vol. 97. № 1. P. 013521.
16. Мухелишвили Н.И. Некоторые основные задачи математической теории упругости. М.: Наука, 1966. 707 с.
17. Греков М.А. Сингулярная плоская задача теории упругости. СПб.: Изд-во СПб. гос. ун-та, 2001. 192 с.
18. Grekov M.A., Kostyrko S.A. A multilayer film coating with slightly curved boundary // *International Journal of Engineering Science*. 2015. Vol. 89. P. 61–74.
19. Grekov M.A., Vakaeva A.B. Effect of nanosized asperities at the surface of a nanohole // *Proceedings of the 7th European Congress on Computational Method in Applied Science and Engineering*. Athens, 2016. Vol. VI. P. 7875–7885.
20. Вакаева А.Б., Греков М.А. Напряженно-деформированное состояние упругого тела с почти круговым отверстием при учете поверхностного напряжения // *Процессы управления и устойчивость*. 2015. Т. 2. № 1. С. 125–130.
- face diffusion. *Metallurgical transactions*, 1972, vol. 3, no. 7, pp. 1789–1796.
5. Grinfeld M.A. The stress driven instabilities in elastic crystals: mathematical models and physical manifestation. *Journal of Nonlinear Science*, 1993, vol. 3, no. 1, pp. 35–83.
6. Srolovitz D.J. On the stability of surfaces of stressed solids. *Acta Metallurgica*, 1989, vol. 37, no. 2, pp. 621–625.
7. Torii R.H., Balibar S. Helium crystals under stress: the Grinfeld instability. *Journal of Low Temperature Physics*, 1992, vol. 89, no. 1-2, pp. 391–400.
8. Berrehar J., Caroli C., Lapersonne-Meyer C., Schott M. Surface patterns on single-crystal films under uniaxial stress: experimental evidence for the Grinfeld instability. *Physical Review B*, 1992, vol. 46, no. 20, pp. 13487–13495.
9. Yang W.H., Srolovitz D.J. Cracklike surface instabilities in stressed solids. *Physical Review Letters*, 1993, vol. 71, no. 10, pp. 1593–1596.
10. Spencer B.J., Meiron D.I. Nonlinear evolution of the stress-driven morphological instability in a two-dimensional semi-infinite solid. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1993, vol. 42, no. 11, pp. 3629–3641.
11. Pang Y., Huang R. Nonlinear effect of stress and wetting on surface evolution of epitaxial thin films. *Physical Review*, 2006, vol. 74, no. 7, pp. 075413.
12. Grekov M.A., Kostyrko S.A. Instability of flat surface of a film coating due to surface diffusion. *Vestnik of Saint Petersburg University. Applied mathematics. Computer science. Control processes*, 2007, no. 1, pp. 46–54.
13. Kostyrko S.A. Effect of the undulation shape on the flat film surface stability under diffusion processes. *Vestnik of Saint Petersburg University. Mathematics. Mechanics. Astronomy*, 2011, no. 3, pp. 101–111.
14. Kostyrko S.A., Shuvalov G.M. Morphological stability of multilayer film surface during diffusion processes. 2015 International Conference “Stability and Control Processes” in Memory of V.I. Zubov (SCP). Moscow, 2015, pp. 392–395.
15. Panat R., Hsia K.J., Cahill D.G. Evolution of surface waviness in thin films via volume and surface diffusion. *Journal of Applied Physics*, 2005, vol. 97, no. 1, pp. 013521.
16. Muskhelishvili N.I. *Nekotorye osnovnye zadachi matematicheskoy teorii uprugosti* [Some basic problems of the mathematical theory of elasticity]. Moscow, Nauka Publ., 1966. 707 p.
17. Grekov M.A. *Singulyarnaya ploskaya zadacha teorii uprugosti* [Singular plane problem of the theory of elasticity]. Saint Petersburg, SPbGU Publ., 2001. 192 p.
18. Grekov M.A., Kostyrko S.A. A multilayer film coating with slightly curved boundary. *International Journal of Engineering Science*, 2015, vol. 89, pp. 61–74.
19. Grekov M.A., Vakaeva A.B. Effect of nanosized asperities at the surface of a nanohole. *Proceedings of the 7th European Congress on Computational Method in Applied Science and Engineering*. Athens, 2016, vol. VI, pp. 7875–7885.
20. Vakaeva A.B., Grekov M.A. Stress-strain of an elastic body with a nearly circular hole incorporating surface stress. *Protsessy upravleniya i ustoychivost'*, 2015, vol. 2, no. 1, pp. 125–130.

## REFERENCES

1. Pronina Y.G. Mechanochemical corrosion: Modeling and analytical benchmarks for initial boundary value problems with unknown boundaries. *Springer Proceedings in Mathematics and Statistics*, 2016, vol. 171, pp. 301–309.
2. Sedova O.S. Stress distribution in the neighborhood of a corrosion pit on the outer surface of an elastic spherical shell. *2nd International Conference on Emission Electronics (ICEE). Selected papers. Proceedings*. Saint Petersburg, 2014, pp. 78–81.
3. Sedova O.S., Pronina Yu.G. Calculation of the optimal initial thickness of a spherical vessel operating in mechanochemical corrosion conditions. 2015 International Conference “Stability and Control Processes” in Memory of V.I. Zubov (SCP). Moscow, 2015, pp. 436–439.
4. Asaro R.J., Tiller W.A. Interface morphology development during stress corrosion cracking: Part I. Via sur-

**THE INFLUENCE OF DIFFUSION PROCESSES ON THE SURFACE SELF-ORGANIZATION  
IN THE MULTILAYER FILM COATING**

© 2017

**S.A. Kostyrko**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor

**G.M. Shuvalov**, postgraduate student

*St. Petersburg State University, St. Petersburg (Russia)*

*Keywords:* thin-film coating; morphological stability; diffusion; stress concentration.

*Abstract:* The multilayer film coatings are widely used in the electronic and optoelectronic industry. However, a high device quality can only be maintained if the defects in films are kept to minimum. In recent years, surface roughness coupled with internal stresses is considered to be one the main reasons for defect nucleation in thin film materials. During film deposition and subsequent thermal processing the surface pattern formation becomes energetically preferable and surface evolves into an undulating profile. The mathematical modeling for self-organized multilayer films can lead to better understanding of this phenomena. In this paper, the 2D model of solid body with a multilayer film coating is developed. A small perturbation of film surface is described by an arbitrary periodic function. Based on Gibbs thermodynamics, a governing equation that gives the amplitude change of surface perturbation due to surface and volume diffusion is obtained. The surface diffusion is driven by the gradient of chemical potential associated with an elastic and surface energy. The volume diffusion is determined by the concentration gradient of vacancies in the direction normal to the film surface associated with surface tension and residual stresses. Taking into account the first-order approximation derived by perturbation technique, we analyze the morphological stability of film surface against the diffusional perturbations. A parametric study is carried out that takes into account the perturbation wavelength, the elastic constants of film layers and substrate, the surface and volume diffusion constants, the residual stresses and the thicknesses of film layers. The key feature of this study is that we were able to discover the effect of the sign of the residual stress. The compressive stresses with the main contribution of volume diffusion promoting the surface smoothing. In the case of tensile stresses, the volume diffusion as well as surface diffusion leads to the surface roughening.

## ОСОБЕННОСТИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ СТАЛЕЙ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ШТАМПОВ ГОРЯЧЕГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ

© 2017

*С.Е. Крылова*, кандидат технических наук, доцент кафедры «Материаловедение и технология материалов»

*Е.В. Ромашков*, аспирант кафедры «Материаловедение и технология материалов»

*Оренбургский государственный университет, Оренбург (Россия)*

*Г.П. Пилипчук*, генеральный директор

*АО «Машиностроительный концерн "ОРМЕТО-ЮУМЗ"», Орск (Россия)*

**Ключевые слова:** термическая обработка; сталь; микролегирование; дисперсионное твердение; сталь для горячего деформирования 70X3Г2ФТР.

**Аннотация:** Выявлено влияние параметров термической обработки на структуру и свойства перспективной штамповой стали для горячего деформирования 70X3Г2ФТР. Рекомендован оптимальный режим термического упрочнения для молотового штампа горячего деформирования из предложенной стали, включающий сфероидизирующий отжиг при температуре 780 °С с медленным охлаждением с печью до 550 °С, а после на спокойном воздухе до нормальной температуры; закалку с 1000 °С с охлаждением в масле; высокотемпературный отпуск при 550–600 °С с охлаждением на спокойном воздухе. В процессе закалки происходит формирование структуры речного мартенсита с высокой плотностью дислокаций и твердостью HRC 57–62, при этом остается нерастворимой 0,5–0,6 % карбидной фазы.

Показано, что на стадии высокотемпературного отпуска при 550–600 °С в стали марки 70X3Г2ФТР наблюдается процесс стабилизации твердости путем формирования специальных сложных карбидных и интерметаллидных включений. Анализ карбидной фазы при отпуске показал, что соединения типа  $Me_7C_3$  и  $Me_3C$  являются карбидами, состав которых меняется в процессе термического воздействия. Так, часть атомов Fe и Cr заменяется атомами Ti и V в различных соотношениях.

Произведено моделирование температурно-напряженного состояния молотового штампа при термической обработке. Показано, что предложенный режим термической обработки стали 70X3Г2ФТР приводит к получению дисперсной ферритно-цементитной структуры с распределенными в ней специальными карбидами, высокому уровню механических свойств, обеспечивает однородное распространение тепловых изотерм по объему штампа горячего деформирования и, как следствие, незначительные внутренние остаточные напряжения. На этапе высокотемпературной выдержки перепад температур минимизируется и не превышает 25–30 °С.

### ВВЕДЕНИЕ

Задача повышения работоспособности тяжелонагруженного металлургического инструмента на данный момент является актуальной производственной и научно-исследовательской проблемой. Основным параметром, которым определяется качество штампового инструмента, является его стойкость, зависящая от материала и режима термической обработки.

Известно, что применение новых марок легированных сталей, а также разработка и усовершенствование режимов их термической обработки обеспечивают комплексный подход к решению задачи повышения свойств и работоспособности штампового тяжелонагруженного инструмента [1].

В настоящее время вопросу исследования термической обработки штампов горячего деформирования посвящен большой объем работ [2; 3]. В обзоре открытых публикаций, посвященных изучению существующих марок штамповых сталей, условий работы штампового инструмента, причин выхода его из строя и требований, предъявляемых к материалу штампов горячего деформирования, рассмотрены основные пути повышения стойкости штампового инструмента, проанализированы системы легирования, особенности термической обработки, способы упрочнения поверхности.

Номенклатура инструментальных сталей этой группы, разнообразие их составов за последние годы значительно возросли в связи со все более расширяющимся применением в технике способов горячего деформиро-

вания, особенно штамповки, прессования, выдавливания различных, в том числе трудно деформируемых, сплавов. Стали данного типа используются в условиях динамического, ударно-циклического нагружения, повышенного износа и разгара в качестве матриц, пуансонов, штампов, пресс-форм для литья под давлением.

В настоящее время штампы горячего деформирования изготавливаются литыми и коваными, с использованием в основном стали 5ХНМ и 4Х5МФС; обе марки имеют пониженную теплостойкость, что ограничивает температурный режим эксплуатации горячештампового инструмента из этой стали. Сталь 4Х5МФС несколько превосходит сталь 5ХНМ по теплостойкости, но заметно уступает последней по трещиностойкости и технологичности при металлургическом переделе.

Имеющийся промышленный опыт эксплуатации крупногабаритного штампового инструмента позволил сформулировать общие требования к сталям инструментального класса: высокая закаливаемость (HRC 60–63 после закалки) и прокаливаемость (не менее 49 HRC на глубине 57 мм), повышенная прочность на поверхности, высокая износостойкость и технологичность на основных пределах ( $\sigma_{0,2}$  = 800–900 МПа) в сочетании с минимальной склонностью к деформации и короблению в процессе термической обработки, а также неизменность размеров в процессе эксплуатации. Наряду с указанными выше требованиями, стали должны содержать минимальное количество дорогих дефицитных легирующих элементов.

Требуется комплексный подход к решению задачи повышения работоспособности штампового инструмента. В связи с этим оптимизация химического состава материала и разработка оптимальной технологии упрочнения штампового инструмента, обеспечивающей получение высоких эксплуатационных свойств штампов, являются актуальными задачами. Несмотря на значительные успехи ученых, проблема подбора сталей и технологий их термической обработки весьма актуальна и требует дальнейшего исследования.

Цель исследования – разработка оптимальных параметров процесса термического упрочнения опытной микролегированной стали инструментального класса, применяемой для изготовления штампов горячего деформирования, обеспечивающих заданный уровень служебных характеристик металлургического инструмента в сложных условиях нагружения и теплового воздействия.

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Материалом для проведения исследований послужила разработанная посредством математического и аналитического эксперимента опытная марка инструментальной стали 70X3Г2ФТР (С – 0,67 %, Мн – 1,92 %, Si – 0,59 %, Р – 0,022 %, S – 0,010 %, Cr – 2,92 %, Ni – 0,09 %, Cu – 0,08 %, В – 0,015 %, Al – 0,012 %, V – 0,062 %, Ti – 0,030 %) [4]. Исследования проводились на откованных по технологическому режиму образцах [5]. Степень деформации при ковке составила 30 %. Полученные образцы представляли собой цилиндрические заготовки диаметром 330 и высотой 500 мм. Структура откованной стали 70X3Г2ФТР – перлит пластинчатый и карбиды (твердость структуры HRC 35–40). Критические точки ( $A_{c1н}=760$  °С и  $A_{c1к}=815$  °С) получали dilatометрическим методом на комплексе Gleeble 3800.

В работе проводили исследования влияния температуры и продолжительности отпуска на микроструктуру и свойства стали. Температурные режимы варьировались в интервале 300–700 °С с шагом 100 °С и продолжительностью от 1 до 10 ч. Временные температурные параметры выбирались с учетом прогнозирования дисперсионного твердения стали на стадии термического упрочнения.

Анализ микроструктуры осуществляли на металлографическом инвертированном микроскопе Mvizo MET-222, а также посредством электронной микроскопии на приборе JEOL JSM-6000. Просвечивающие электронно-микроскопические исследования проводили методом темнопольного и дифракционного анализа на электронном микроскопе JEM 200-CX при ускоряющем напряжении 160 кВ. Определение состава и количества карбидных фаз осуществляли рентгеноструктурным методом с последующим химическим анализом карбидных включений. Метод основан на анодном растворении металла при силе тока 0,02 А/см<sup>2</sup>, в качестве электролита использовали раствор 7,5 % KCl и 0,5 % лимонной кислоты в воде. Из анодного осадка, содержащего все карбидные фазы, были выделены специальные карбиды. Для выделения карбидов типа MeC анодный осадок кипятили в водном растворе соляной кислоты (160 мл H<sub>2</sub>O, 40 мл HCl) в течение 5 ч. Для выделения хромистых карбидов типа Me<sub>7</sub>C<sub>3</sub> и Me<sub>23</sub>C<sub>6</sub> общий анодный осадок кипятили в течение 2 ч в растворе: 100 мл H<sub>2</sub>O,

50 мл H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 25 мл HCl. Химический анализ карбидных осадков проводили из двух параллельно изолированных фаз. Состав и тип карбидных включений определяли микрорентгеноспектральным и рентгеноструктурным методами. Рентгенограммы карбидных осадков получали на дифрактометре «ДРОН-2,0» ( $U=20$  кВ,  $I=12$  мА) в Fe K $\alpha$ -излучении.

Механические испытания проводили с определением ударной вязкости на маятниковом копре KM-30 по ГОСТ 9454-78, прочностных характеристик на машине ИМ-4Р со скоростью нагружения 2 мм/мин по ГОСТ 1497-84, 9651-84, твердости и микротвердости на твердомере Роквелла ТК2М в соответствии ГОСТ 8.064-94, 945076, не менее трех образцов на точку.

Анализ распределения напряжений и тепловых полей на стадии термического упрочнения осуществляли в компьютерной системе ANSYS.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

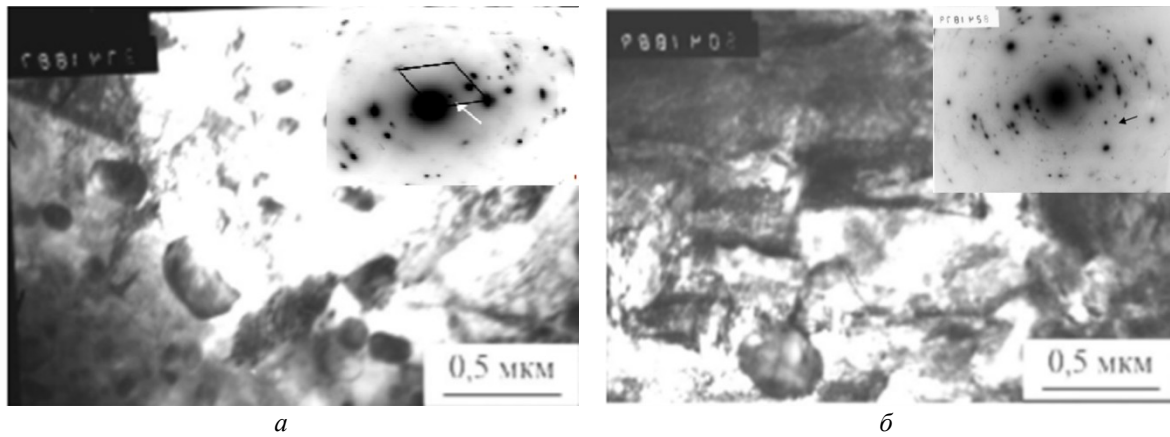
С целью выравнивания структуры, стабилизации значений твердости, минимизации остаточных напряжений, улучшения обрабатываемости металла откованные образцы подвергали сфероидизирующему отжигу [4]. С учетом данных работ, для стали 70X3Г2ФТР отжиг выполняли следующим образом: нагрев до 780 °С с прерывистым охлаждением: в печи до 550 °С, затем на спокойном воздухе.

Как показано в работе [5], исследования растворимости элементов в карбидных осадках свидетельствуют, что на этапе отжига в данной стали сформировались карбидные соединения MeC, Me<sub>3</sub>C, Me<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. На стадии отжига металлическая матрица стали обогащается легированным цементитом, в котором большая часть атомов железа замещена Cr, а содержание Mn составляет не более 3–5 %. Так, в карбидах на основе Cr растворено до 10 % Mn, 65 % Cr и до 2,5–3 % Ti и V.

Результаты, полученные методом просвечивающей микроскопии разработанной стали, показали, что в процессе предложенного режима предварительной термической обработки происходит частичное  $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$  превращение [6]. Основу структуры отожженной стали 70X3Г2ФТР составляет  $\alpha$ -твердый раствор с повышенной плотностью дислокаций, имеющий неравновесную конфигурацию субзеренных границ (рис. 1 а). Дифракционная картина представлена светлыми участками феррита, на фоне которых присутствуют мелкие карбиды хрома типа Me<sub>3</sub>C (рис. 1 б). Размер выделившихся включений не превышает 0,1 мкм при расстоянии между частицами (0,3–0,7) мкм. На электронограммах (рис. 1 а, рис. 1 б) представлены рефлексы  $\alpha$ -фазы различных ориентировок с осями зон [111], [311] и [113], а также рефлексы карбидов хрома Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>. Твердость структуры стали после отжига – HRC 20–22.

В качестве упрочняющего режима термической обработки использовали закалку с последующим высокотемпературным отпуском [7; 8]. Знание механизма распада переохлажденного аустенита позволило назначить оптимальный режим упрочнения: закалка при температуре 1000 °С, скорость нагрева 25 °С/ч, время выдержки 2 ч с охлаждением в масле.

Согласно электронно-микроскопическим исследованиям, в структуре сталей после закалки образуется



**Рис. 1.** Тонкая структура стали 70X3Г2ФТР после сфероидизирующего отжига:  
а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе  $\alpha$ -фазы

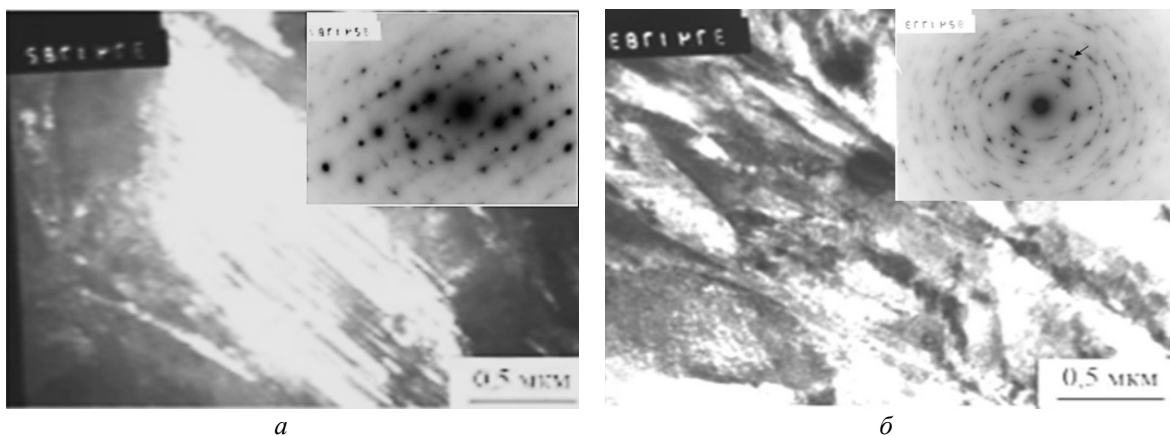
реечный мартенсит с высокой плотностью дислокаций, протяженность реек мартенсита порядка 1,5–2 мкм (рис. 2 а). Темнопольное отображение структуры показывает, что в мартенсите присутствует значительное количество двойниковых прослоек (рис. 2 а). На электронограмме показаны рефлексы от двойников на расстоянии 1/3 от основных. Также в структуре присутствуют мартенситоподобные области, образованные при распаде аустенита по бейнитному механизму (рис. 2 б). Электронограмма, представленная на рис. 2, содержит рефлексы остаточного аустенита. Твердость после заковки составила HRC 57–62 [9].

Твердость после отпуска является одним из основных свойств стали, определяющих стойкость инструмента при эксплуатации [10]. Время выдержки оказывает влияние как на объем (количество) карбидных фаз, образующихся при отпуске, так и на интенсивность упрочнения. Результаты исследования представлены зависимостью твердости стали от параметров отпуска (рис. 3). Она наглядно иллюстрирует, что при температурах отпуска 300–500 °С на протяжении 10 ч твердость стали мало изменяется по сравнению с исходным закаленным состоянием (HRC 57–62). Из рис. 3 видно, что повышение температуры отпуска до 500–600 °С на протяжении практически всех режимов термической обработки фиксируется твердость на уровне HRC 50–55, что

свидетельствует о повышенной устойчивости стали к разупрочнению при отпуске в указанной области температур. Данное явление можно объяснить присутствием в металлической основе атомов Cr и Mn, которые замедляют подвижность атомов углерода и, как следствие, коагуляцию цементита [11; 12]. Такая стабилизация значений твердости при высоких температурах отпуска может указывать на дисперсионное твердение стали 70X3Г2ФТР [13; 14].

Температура отпуска 500 °С и время выдержки 3 ч являются оптимальными, так как их дальнейшее увеличение влечет за собой коагуляцию карбидных частиц и стабилизирует процесс их выделения (таблица 1). В процессе распада мартенсита произошло обогащение карбидной фазы хромом за счет перераспределения данного легирующего элемента между ферритом и карбидами после окончания перлитного превращения.

Анализ карбидной фазы при отпуске показал, что карбиды типа  $Me_3C$  и  $Me_7C_3$  – это дисперсные соединения переменного состава, в которых присутствуют атомы Ti и V в различных соотношениях [15; 16]. Так, при переходе температуры отпуска от 500 к 550 °С наблюдается увеличение количества легированного цементита при незначительном содержании Cr и Mn, тогда как при отпуске 600 °С в цементите происходит увеличение содержания Cr при одновременном уменьшении



**Рис. 2.** Структура стали 70X3Г2ФТР после закалки:  
а – темнопольное изображение (мартенсит) и электронограмма;  
б – светлопольное изображение (бейнит) и электронограмма

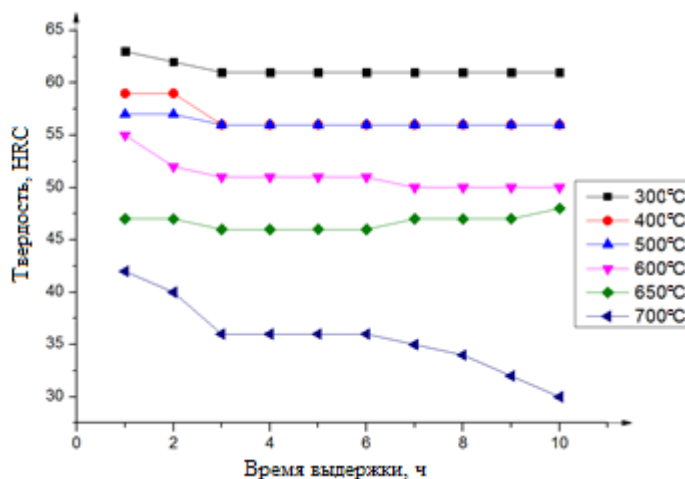


Рис. 3. Зависимость твердости стали 70X3Г2ФТР от температуры и продолжительности отпуска

Таблица 1. Содержание карбидной фазы и количество остаточного аустенита стали 70X3Г2ФТР, отпущенной с различных температур

Температура отпуска, °C	Тип карбидов	Суммарное массовое количество карбидов, %	Микротвердость металлической основы, Н/мм <sup>2</sup>
500	(Fe,Cr,V) <sub>3</sub> C, (C,Fe) <sub>7</sub> C <sub>3</sub> , (Fe,Cr,V) <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , VC, TiC	11–12	6181
520		13–15	5873
550		18–20	4896
570		19–20	5614
600		20–21	5780

общего количества Me<sub>3</sub>C, что свидетельствует о переходе легированного цементита в специальный карбид Me<sub>7</sub>C<sub>3</sub> [17].

В работе проведена сопоставительная оценка механических и эксплуатационных свойств традиционных сталей для штампов горячего деформирования в сравнении с разработанной маркой 70X3Г2ФТР. Данные представлены в таблице 2.

Как показали механические испытания (таблица 2), свойства стали 70X3Г2ФТР находятся на требуемом уровне (согласно ГОСТ 5950-2000). По прочности опытная сталь превосходит традиционные штамповые 4X5МФС и 5ХНМ, незначительно уступая стали 5ХНМ по ударной вязкости, что объясняется пониженным содержанием углерода и отличием в легирующем комплексе, однако в сравнении с преимуществом по твердости и эксплуатационной стойкости это превосходство несущественно.

Результаты проведенных исследований позволили рекомендовать следующий режим термической обра-

ботки на молотовый штамп для горячего деформирования из стали 70X3Г2ФТР:

- 1) сфероидизирующий отжиг с температуры 780 °C с выдержкой 8 ч, прерывистое охлаждение: с печью до 550 °C, а затем на спокойном воздухе;
- 2) закалка в масле с 1000 °C, выдержка 2 ч;
- 3) высокотемпературный отпуск 500–550 °C, 3 ч, охлаждение на воздухе.

В данной работе методом моделирования в программе ANSYS был проведен расчет температурных полей и остаточных напряжений при термическом упрочнении штампов горячего деформирования из стали 70X3Г2ФТР. В основу расчетов положен метод конечных элементов [18]. Исследование тепловых полей (рис. 4) показывает, что на стадии отжига перепад температур по сечению штампа минимален, не более 50 °C (рис. 4 а). Закалка обеспечивает более напряженное состояние инструмента. Градиент температур возрастает и составляет около 100–120 °C (рис. 4 б). Однако на стадии высокого отпуска происходит компенсация

Таблица 2. Механические свойства исследуемых сталей

Механические свойства	Марка стали		
	5ХНМ	4X5МФС	70X3Г2ФТР
Твердость, HRC	37/39	50/52	54/56
Предел прочности σ <sub>в</sub> , МПа	1170/1250	1370/1490	1520/1610
Ударная вязкость, KCU, кДж/м <sup>2</sup>	165/198	112/156	156/168
Относительное удлинение, δ, %	10/12	10/13	10/12
Относительное сужение, ψ, %	41/43	45/49	41/43

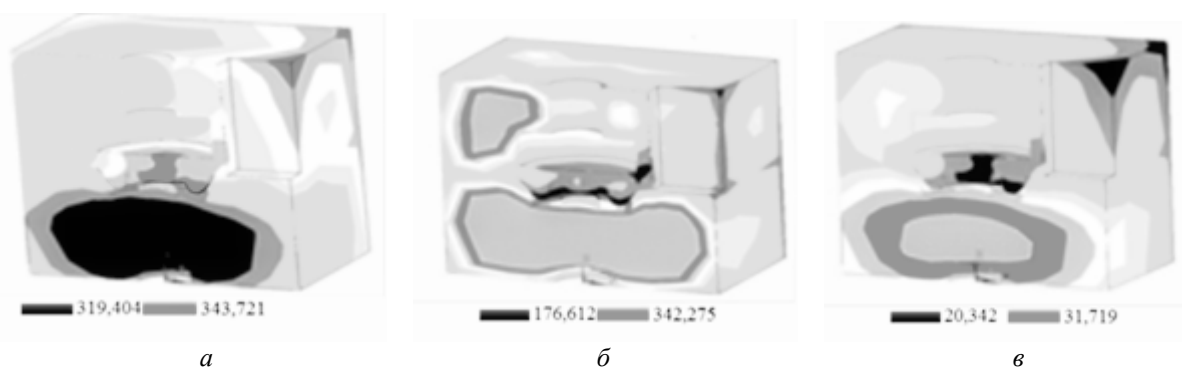


Рис. 4. Распределение температурных полей при охлаждении стали с температуры отжига (а), закалки (б), отпуска (в)

напряженного состояния, температурный градиент минимизируется по всему сечению и составляет не более 20–40 °С (рис. 4 в).

Таким образом, предложенный режим термической обработки приводит к получению дисперсной феррито-цементитной смеси с распределенными в ней специальными карбидами, достаточно высокому уровню механических свойств [19; 20], а также обеспечивает равномерное распределение температур по сечению металлургического инструмента и формирование минимального предела остаточных напряжений.

#### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Разработан оптимальный режим термической обработки опытной микролегированной стали 70X3Г2ФТР, рекомендуемой для изготовления штампов горячего деформирования. Определено, что за счет сфероидизирующего отжига при температуре 780 °С с комбинированным охлаждением, закалки в масле с 1000 °С, с последующим высокотемпературным отпуском в интервале 500–550 °С, происходит формирование дисперсной структуры металлической основы с карбидным упрочнением, обеспечивающей комплекс механических свойств и служебных характеристик необходимых для длительной, безаварийной эксплуатации штампового инструмента.

2. Установлено, что в процессе сфероидизирующего отжига в стали формируются карбидные включения типа: MeC, Me<sub>3</sub>C, Me<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, (Fe,Cr)<sub>3</sub>C; основу структуры стали составляет феррит с повышенной плотностью дислокаций и неравновесной формой субзеренных границ. Твердость структуры стали после отжига – HRC 20–22.

3. Определено, что в процессе закалки происходит формирование структуры речного мартенсита с твердостью HRC 57–62. Показано, что карбидными включениями, подверженными растворению при нагреве, являются карбиды Cr, а также определенное количество легированного цементита.

4. На основании фазовых и структурных исследований выявлено, что интервал температур отпуска 500–550 °С в стали 70X3Г2ФТР обеспечивает дисперсионное твердение за счет формирования мелкодисперсных карбидов хрома, титана и ванадия разных типов. Твердость после закалки и высокого отпуска составляет HRC 52–56, предел прочности  $\sigma_B=1600\text{--}1900$  МПа, ударная вязкость  $KCU=112\text{--}168$  КДж/м<sup>2</sup>.

5. Расчет, выполненный в программной среде ANSYS, показал, что предложенный способ термического упрочнения приводит к равномерному распределению температур и напряжений по сечению молотового штампа на окончательных стадиях термической обработки, тем самым обеспечивая оптимальное сочетание механических свойств.

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Винокур Б.Б., Пилюшенко В.Л. Прочность и хрупкость конструкционной легированной стали. Киев: Наукова Думка, 1983. 283 с.
2. Гармаева И.А., Мосоров В.И., Мижитов А.Ц., Лыгденов Б.Д., Гурьев А.М. Упрочнение поверхности штампов из литой стали // Современные наукоемкие технологии. 2007. № 6. С. 32–33.
3. Журавлев В.Н. Штампы для горячего деформирования, режимы и способы их изготовления. М.: ЦНИИТЭИтракторсельмаш, 1976. 55 с.
4. Каманцев С.В. Инструментальная сталь для горячего деформирования: патент РФ № 2535148; заяв. № 2013100389/02 от 09.01.2013.
5. Крылова С.Е. Влияние термической обработки на формирование структуры экономнолегированных сталей инструментального класса // Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных конструкционных материалов и сплавов: материалы междунар. науч. конф. М.: Машиностроение, 2009. С. 410–420.
6. Гудремон Э. Специальные стали. Т. 1. М.: Металлургиздат, 1959. 952 с.
7. Макаров А.В., Коршунов Л.Г., Малыгина И.Ю., Солодова И.Л. Повышение теплостойкости и износостойкости закаленных углеродистых сталей фрикционной упрочняющей обработкой // Металловедение и термическая обработка металлов. 2007. № 3. С. 57–62.
8. Смирнов М.А., Счастливцев В.М., Журавлев Л.Г. Основы термической обработки стали. М.: Наука и технологии, 2002. 519 с.
9. ГОСТ 9450–76. Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. М.: Изд-во стандартов, 1993. 35 с.



10. Новиков И.И. Теория термической обработки. М.: Металлургия, 1986. 480 с.
  11. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть II. М.: МИСИС, 1997. 527 с.
  12. Винокур Б.Б., Пилушенко В.Л. Прокаливаемость конструкционных сталей. Киев: Наукова Думка, 1970. 108 с.
  13. Смирнов М.А., Счастливцев В.М., Журавлев Л.Г. Основы термической обработки стали. Екатеринбург: УрОРАН, 1999. 536 с.
  14. Антонов С.М., Ахмедьянов А.М., Гасленко М.И., Рушиц С.В., Соколов С.О., Крылова С.Е., Якунина О.А. Кинетика распада переохлажденного аустенита экспериментальных экономнолегированных сталей инструментального класса при непрерывном охлаждении // Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Metallurgy. 2012. № 39. С. 79–84.
  15. Стеблов А.Б., Ленартович Д.В., Понкратин Е.И. Новая сталь для штампов горячего деформирования // Metallurg. 2006. № 2. С. 41–43.
  16. Гольдштейн М.И., Попов В.В. Растворимость фаз внедрения при термической обработке стали. М.: Metallurgy, 1989. 200 с.
  17. Колокольцев В.М., Иванова И.В. Литейная сталь горячего деформирования // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова. 2009. № 4. С. 15–17.
  18. Крылова С.Е., Яковлева И.Л., Терещенко Н.А., Приймак Е.Ю., Клецова О.А. Влияние кинетики распада аустенита на формирование структуры экономнолегированной инструментальной стали // Физика металлов и металловедение. 2013. Том 114. № 10. С. 926–936.
  19. Пригожин И.Р. Введение в термодинамику необратимых процессов. М.: Мир, 2001. 160 с.
  20. Krylova S.E., Romashkov E.V., Kuznetsov A.V. Peculiarities of Thermal Hardening of Experimental Sparingly-Alloy Tool-Class Steels // International Conference on Industrial Engineering. 2016. Vol. 870. P. 392–396.
- REFERENCES**
1. Vinokur B.B., Pilyushenko V.L. *Prochnost' i khrupkost' konstruktsionnoy legirovannoy stali* [Strength and brittleness of structural alloy steel]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1983. 283 p.
  2. Garmaev I.A., Mosorov V.I., Mizhitov A.Ts., Lygdenov B.D., Guryev A.M. Hardening of die cast steel surface. *Sovremennye naukoemkie tekhnologii*, 2007, no. 6, pp. 32–33.
  3. Zhuravlev V.N. *Shtampy dlya goryachego deformirovaniya, rezhimy i sposoby ikh izgotovleniya* [Stamps for hot deformation, modes and methods of their manufacture]. Moscow, TsNIITEItraktorselmash Publ., 1976. 55 p.
  4. Kamantsev S.V. *Instrumentalnaya stal' dlya goryachego deformirovaniya* [Tool steel for hot deformation]. Patent FR, no. 2535148, 2013.
  5. Krylova S.E. Effect of heat treatment on the formation of the structure of economically alloyed steels of the tool class. *Materialy mezhdunar. nauch. konf. "Innovatsionnaya deyatel'nost' predpriyatiy po issledovaniyu, obrabotke i polucheniyu sovremennykh konstruktsionnykh materialov i splyavov"*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2009, pp. 410–420.
  6. Houdremont E. *Spetsialnye stali* [Handbuch der Sonderstahlkunde]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 1959. Vol. 1, 952 p.
  7. Makarov A.V., Korshunov L.G., Malygina I.Yu., Solodova I.L. Increase in the heat-and wear-resistance of hardened carbon steels using frictional strengthening treatment. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2007, no. 3, pp. 57–62.
  8. Smirnov M.A., Schastlivtsev V.M., Zhuravlev L.G. *Osnovy termicheskoy obrabotki stali* [Basics of heat treatment of steel]. Moscow, Nauka i tekhnologii Publ., 2002. 519 p.
  9. GOST 9450–76. *Izmerenie mikrotverdosti vdavlivaniem almaznykh nakonechnikov* [Measurements microhardness by diamond instruments indentation]. Moscow, Izdatelstvo standartov Publ., 1993. 35 p.
  10. Novikov I.I. *Teoriya termicheskoy obrabotki* [Theory of heat treatment]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986. 480 p.
  11. Shtremel' M.A. *Prochnost' splyavov. Chast' II* [Strength of alloys. Part II]. Moscow, MISIS Publ., 1997. 527 p.
  12. Vinokur B.B., Pilyushenko V.L. *Prokalivaemost' konstruktsionnykh staley* [Stability of structural steels]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1970. 108 p.
  13. Smirnov M.A., Schastlivtsev V.M., Zhuravlev L.G. *Osnovy termicheskoy obrabotki stali* [Basics of heat treatment of steel]. Ekaterinburg, UrORAN Publ., 1999. 536 p.
  14. Antonov S.M., Akhmedyanov A.M., Gaslenko M.I., Rushchits S.V., Sokolov S.O., Krylova S.E., Yakunina O.A. Supercooled austenite decomposition kinetics of experimental economically alloyed tool steels during continuous cooling. *Vestnik Yuzhno-Uralskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Metallurgiya*, 2012, no. 39, pp. 79–84.
  15. Steblov A.B., Lenartovich D.V., Ponkратин E.I. New steel for hot deformation dies. *Metallurg*, 2006, no. 2, pp. 41–43.
  16. Gol'dshteyn M.I., Popov V.V. *Rastvorimost' faz vnedreniya pri termicheskoy obrabotke stali* [Solubility of implantation phases during heat treatment of steel]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1989. 200 p.
  17. Kolokol'tsev V.M., Ivanova I.V. Cast steel dies for hot deformation. *Vestnik Magnitogorsk State Technical University named after G.I. Nosov*, 2009, no. 4, pp. 15–17.
  18. Krylova S.E., Priimak E.Yu., Kletsova O.A., Yakovleva I.L., Tereshchenko N.A. Influence of kinetics of supercooled austenite decomposition on structure formation in sparingly-alloyed tool steel. *The physics of metals and metallography*, 2013, vol. 114, no. 10, pp. 851–859.
  19. Prigozhin I.R. *Vvedenie v termodinamiku neobratimyykh protsessov* [Introduction to the thermodynamics of irreversible processes]. Moscow, Mir Publ., 2001. 160 p.
  20. Krylova S.E., Romashkov E.V., Kuznetsov A.V. Peculiarities of Thermal Hardening of Experimental Sparingly-Alloy Tool-Class Steels. *International Conference on Industrial Engineering*, 2016, vol. 870, pp. 392–396.

**SPECIAL ASPECTS OF HEAT TREATMENT OF STEELS FOR THE PRODUCTION  
OF HOT DEFORMATION STAMPS**

© 2017

**S.E. Krylova**, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Material science and materials technology”

**E.V. Romashkov**, postgraduate student of Chair “Material science and materials technology”

*Orenburg State University, Orenburg (Russia)*

**G.P. Pilipchuk**, General Director

*JSC “Heavy Engineering ORMETO–YUMZ”, Orsk (Russia)*

*Keywords:* heat treatment; steel; microalloying; precipitation age hardening; 70X3G2FTR steel for hot deformation.

*Abstract:* The authors identified the influence of heat treatment parameters on the structure and properties of the advanced 70X3G2FTR die steel for hot deformation. The optimal heat hardening mode for the hot working hammer die produced from the suggested steel is recommended, which contains spheroidizing annealing at the temperature of 780 °C with the slow furnace cooling up to 550 °C and the following still air cooling up to the normal temperature; hardening at 1000 °C with oil cooling; high-temperature tempering at 550–600 °C with the still air cooling. During the hardening process, the structure of lath martensite with the high density of dislocations and the hardness HRC 57–62 is formed, however, 0.5–0.6 % of carbide phase remains insoluble.

It is shown that at the stage of high-temperature tempering at 550–600 °C, the process of hardness stabilizing by special complex carbide and intermetallic compounds inclusions can be observed in 70X3G2FTR steel. The analysis of carbide phase at the tempering shows that the compounds of  $Me_7C_3$  and  $Me_3C$  types are the carbides, which composition changes in the process of thermal influence. So, for example, part of Fe and Cr atoms are replaced with Ti and V atoms in various ratios.

The authors simulated the temperature-stress condition of hammer die during thermal treatment. It is shown, that the suggested mode of thermal treatment of 70X3G2FTR steel leads to the production of the dispersed ferrite-cementite structure with the distributed special carbides, high level of mechanical properties, and provides the uniform distribution of temperature fields along the volume of hot deformation stamp and, as a consequence, the insignificant internal residual stresses. At the stage of high-temperature soak, the temperature gradient is minimized and does not exceed 25–30 °C.

**СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ  
ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО СТАРЕНИЯ  
И ДЕФОРМАЦИИ СДВИГОМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ**

© 2017

**А.В. Макаров**, доктор технических наук,  
заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств  
*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева*  
*Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*  
*Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*

**С.Н. Лучко**, аспирант  
**Е.Г. Волкова**, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник  
*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева*

*Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*  
**А.Л. Осинцева**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник  
*Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*  
**А.В. Литвинов**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник  
*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева*  
*Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*

**Ключевые слова:** высокоазотистая аустенитная сталь; сдвиг под давлением; наноструктурирование; растворение нитридов; микромеханические свойства.

**Аннотация:** Разработка высокоазотистых экономнолегированных сталей является одним из перспективных направлений в создании высокопрочных, износо- и коррозионностойких материалов. В настоящей работе исследовано влияние больших пластических деформаций, реализуемых методом сдвига под давлением (СД) при комнатной температуре, на эволюцию структуры (методами электронной просвечивающей микроскопии и рентгеноструктурного анализа) и возможности упрочнения высокоазотистой (1,24 масс. % N) аустенитной стали 08X22ГА1,24 с исходной  $\alpha$ -ОЦК структурой металлической матрицы. Сталь была получена методом литья с противодействием азота и подвергнута закалке от 1180 °С с последующим высокотемпературным старением при 650 °С продолжительностью 2,5 ч, формирующим ферритную ( $\alpha$ -ОЦК) структуру с тонкими протяженными вторичными нитридами хрома Cr<sub>2</sub>N. Деформация СД состаренной при 650 °С стали с исходной феррито-нитридной структурой приводит к частичному растворению нитридов хрома и формированию наиболее однородной и диспергированной нано- и субмикроструктурной структуры  $\alpha$ -фазы по сравнению со структурами  $\gamma$ +(15–20 об. %)  $\alpha$ , сформированными методом СД в состаренной при 550 °С и в закаленной стали с исходной аустенитной структурой матрицы. Измерениями микротвердости по методу восстановленного отпечатка установлено, что деформация СД состаренной при 650 °С стали с перлитоподобной феррито-нитридной структурой приводит к более эффективному упрочнению (до 930 HV0,025), чем у стали с исходной аустенитно-нитридной структурой после закалки, закалки и старения при 550 °С (рост твердости при СД соответственно до 830 и 890 HV0,025). По данным микроиндентирования сталь после отжига при 650 °С и СД обладает также повышенным сопротивлением упруго-пластическому деформированию при контактном механическом нагружении.

## ВВЕДЕНИЕ

Высокоазотистые стали – стали с высоким содержанием азота (“high nitrogen steels – HNS”) и их разработка являются одним из перспективных направлений в создании экономнолегированных, высокопрочных, износо- и коррозионностойких материалов [1–3]. Формирование полностью аустенитной структуры на основе системы Fe-Cr-N без ухудшения коррозионных свойств и при низкой магнитной проницаемости, без использования дорогих легирующих элементов (в первую очередь никеля) и даже без наличия марганца возможно только за счет технологии литья с противодействием азота [1; 4]. В зависимости от состава и режимов термической обработки в высокоазотистых сталях могут быть сформированы структуры различного типа: от аустенитной до мартенситной и дуплексной мартенситно-аустенитной с различной долей избыточных нитридов.

В научной литературе накоплено большое количество данных о прочностных, коррозионных и трибологи-

ческих характеристиках азотсодержащих сталей, подвергнутых различным термическим обработкам [5–8]. Исследовано влияние упруго-пластического деформирования также на магнитные свойства высокопрочных сложнолегированных коррозионностойких аустенитных сталей 03X20АГ11Н7М2 [9] и 04X20Н6Г11М2АФБ [10] с 0,4–0,5 масс. % N. Изучено влияние холодной и горячей прокатки на структурно-фазовые превращения и упрочнение сплавов Fe-18Cr-12Mn-N, Fe-18Cr-12Mn-16Ni-0,17N и Fe-18Cr-N [11; 12]. Однако явно недостаточное внимание уделялось поиску путей кардинального упрочнения высокохромистых сталей с небольшим содержанием марганца и повышенным ( $\geq 1$  масс. %) количеством азота с использованием деформационных обработок, обеспечивающих в рассматриваемых материалах накопление более значительных, чем при прокатке, степеней пластической деформации, принципиальное измельчение структуры, активную реализацию фазовых превращений и эффективное растворение нитридных фаз. В условиях большой пластической деформации

в структуре сталей и сплавов наблюдается не только деформационно-индуцированное растворение нитридов, карбидов, оксидов и интерметаллидов в металлической матрице, но и выделение вторичных упрочняющих фаз при развитии циклических фазовых переходов «растворение – выделение» [13–15].

В работе [16] исследованы структура, фазовый состав и микромеханические характеристики высокоазотистой (1,24 масс. % N) нержавеющей стали 08X22GA1,24 с аустенитной ( $\gamma$ -ГЦК) структурой металлической матрицы (сформированной закалкой от 1180 °С в воде и последующим старением при 450 и 550 °С, выдержка 0,5 ч) после деформации сдвигом под давлением (СД).

Цель работы – изучение влияния деформации СД на структурно-фазовое состояние и микромеханические свойства высокоазотистой стали 08X22GA1,24 после закалки и высокотемпературного старения при 650 °С, формирующих ферритную структуру металлической матрицы с нитридами хрома. Таким образом, в сравнении с данными, полученными в работе [16], в настоящем исследовании рассмотрены эволюция структуры и возможности упрочнения при деформации методом СД указанной стали с исходной  $\alpha$ -ОЦК структурой металлической матрицы.

## МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследовали высокоазотистую аустенитную горячедеформированную сталь 08X22GA1,24 состава (масс. %): 1,24 N; 0,08 C; 22,2 Cr; 1,38 Mn; 0,098 Mo; 0,02 V; остальное Fe, выплавленную в Институте металловедения Болгарской академии наук с использованием лития с противодавлением азота. Для максимального возможного растворения нитридной фазы [17] и получения аустенитной структуры образцы размерами 5,4×5,4×61,0 мм закачивали в воде от 1180 °С. После закалки образцы подвергали высокотемпературному старению при температуре 650 °С (выдержка 2,5 ч) с целью выделения из аустенита азота и хрома с образованием вторичных нитридов Cr<sub>2</sub>N и формированием при последующем охлаждении от температуры старения перлитоподобной структуры с прослойками  $\alpha$ -фазы (феррита). Для деформации методом СД на электроискровом станке вырезали заготовки размерами 5,4×5,4×61,0 мм и после шлифовки и электрополирования образцы толщиной 0,65 мм подвергали сдвигу под квазигидростатическим давлением 8 ГПа на наковальнях с пуансонами из ВК6 с диаметром рабочей части 6 мм (3 оборота наковален со скоростью вращения 0,3 об/мин) при комнатной температуре.

Измерение микротвердости по методу восстановленного отпечатка проводили на приборе Shimadzu HVM-G21DT при нагрузке на индентор Виккерса 0,245 Н. Микроиндентирование при максимальной нагрузке на индентор Берковича 0,245 Н выполняли на измерительной системе NanoTest. Фазовый состав определяли на рентгеновском дифрактометре SHIMADZU XRD-7000 в CrK $\alpha$ -излучении. Тонкую структуру исследовали методом тонких фольг на просвечивающем электронном микроскопе JEM 200CX.

Истинную деформацию рассчитывали в соответствии с выражением [18]

$$e = \ln \left( 1 + \frac{\varphi^2 r^2}{d^2} \right)^{\frac{1}{2}},$$

где  $\varphi = n \times 2\pi$  – угол поворота наковальни при сдвиге ( $n$  – число оборотов);

$r$  – расстояние от центра образца до исследуемого участка;

$d$  – толщина образца после деформации.

Рассчитанная истинная деформация образцов после закалки и закалки и старения при температуре 550 °С на половине радиуса ( $r_1 = 1,25$  мм) составила  $e \sim 4,5$ , а на радиусе ( $r_2 = 2,5$  мм) – от  $e \sim 5,0$  до  $e \sim 5,6$ . Для исследуемой стали после старения при температуре 650 °С рассчитанная истинная деформация на половине радиуса составила  $e \sim 5,5$ , а на полном радиусе –  $e \sim 6,1$ .

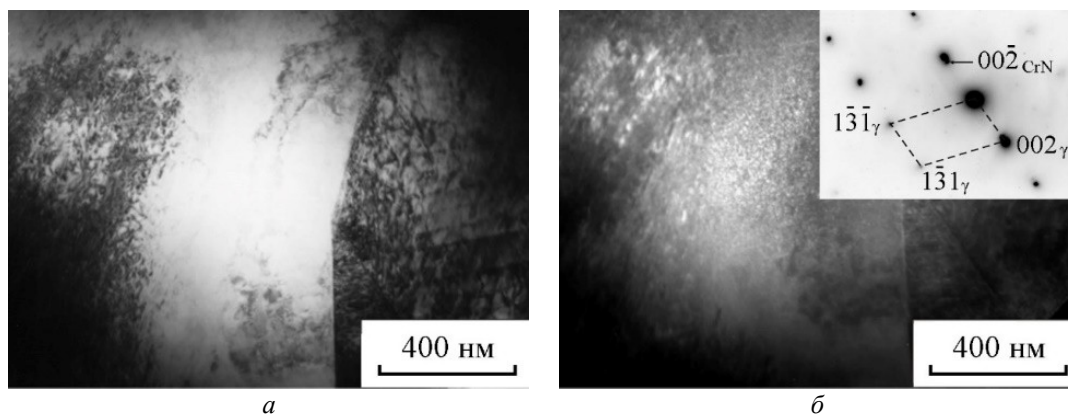
## РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В работе [16] было установлено, что после закалки стали от 1180 °С формируется аустенитная структура, в которой присутствуют отдельные крупные нерастворившиеся первичные нитриды Cr<sub>2</sub>N. На рис. 1 показана структура стали 08X22GA1,24, закаленной и состаренной при температуре 550 °С (выдержка 0,5 ч). На темнопольном изображении (см. рис. 1 б) видны равномерно распределенные в аустенитной матрице новые дисперсные частицы нитрида хрома CrN, которые выделяются в результате старения при 550 °С. Указанные вторичные нитриды CrN с ГЦК-решеткой изоморфно связаны с аустенитной ГЦК-матрицей.

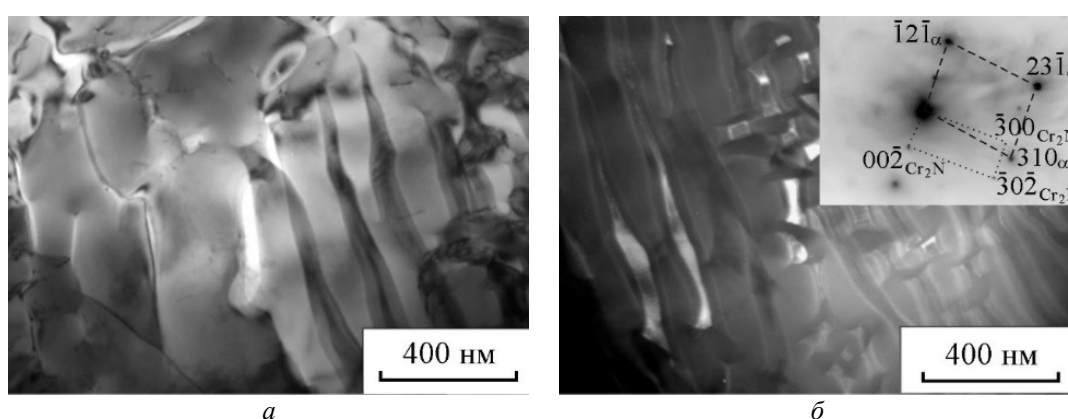
На рис. 2 представлена структура стали 08X22GA1,24, закаленной и состаренной при температуре 650 °С. В результате указанного старения происходит выделение из аустенита азота и хрома, стабилизирующих  $\gamma$ -фазу, с образованием тонких протяженных вторичных нитридов Cr<sub>2</sub>N. При охлаждении от температуры старения из обедненной азотом  $\gamma$ -фазы формируется перлитоподобная структура, состоящая из протяженных вытянутых зерен или целых пакетов зерен феррита (см. рис. 2 а) и тонких прослоек нитрида Cr<sub>2</sub>N, которые «светятся» на темнопольном снимке в рефлексе нитрида (см. рис. 2 б).

На рис. 3 приведены электронно-микроскопические снимки структуры стали 08X22GA1,24, закаленной и состаренной при 550 °С, после деформации СД. Видно, что в результате СД формируется неоднородная преимущественно субмикроструктурная структура, содержащая наноразмерные нитриды хрома. Нитридная фаза состоит как из нерастворившихся при нагреве под закалку нитридов Cr<sub>2</sub>N, так и из нитридов CrN, которые в большом количестве выделяются из аустенитной матрицы в результате старения при 550 °С (см. рис. 1 б). На картине микродифракции (см. рис. 3 б) наблюдаются утолщения, что свидетельствует о наличии текстуры.

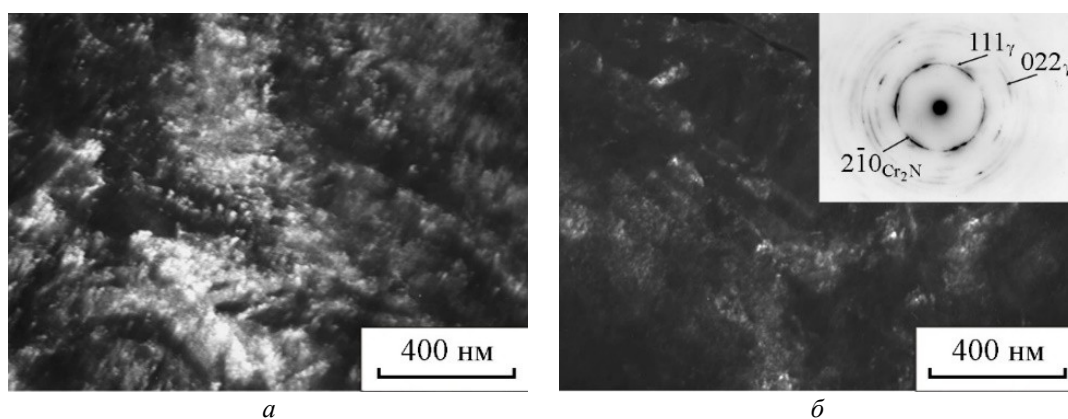
Рис. 4 иллюстрирует структуру стали 08X22GA1,24, закаленной и состаренной при 650 °С, после деформации СД. Вследствие деформации СД наблюдается сильное диспергирование структуры стали (см. рис. 4 а) с формированием нано- и субмикроструктур. Картины микродифракции содержат несплошные кольца (см. рис. 4 б). На темнопольном изображении в рефлексе



**Рис. 1.** Структура стали 08X22GA1,24, закаленной от 1180 °С, после старения при 550 °С:  
 а – светлопольное изображение;  
 б – темнопольное изображение в рефлексе  $00\bar{2}_{CrN}$  и микродифракция, ось зоны  $[130]_{\gamma}$



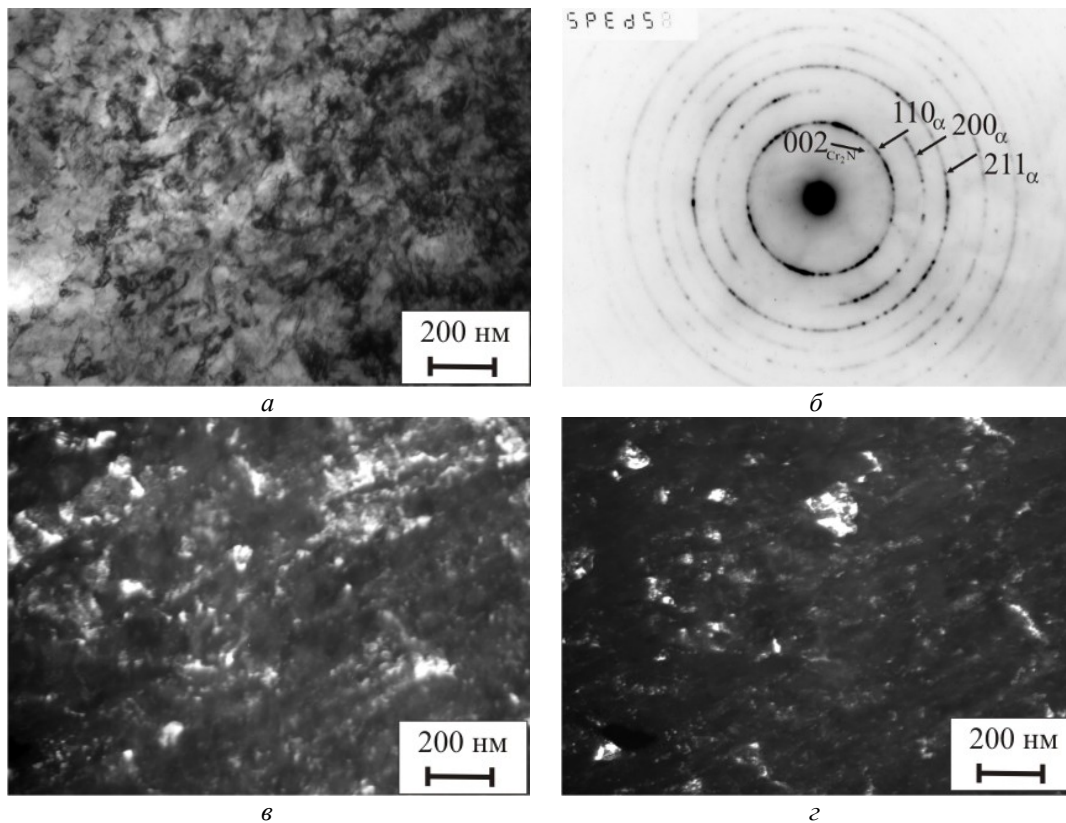
**Рис. 2.** Структура стали 08X22GA1,24, закаленной от 1180 °С, после старения при 650 °С 2,5ч:  
 а – светлопольное изображение;  
 б – темнопольное изображение в рефлексе  $00\bar{2}_{Cr_2N}$  и микродифракция, оси зон  $[\bar{1}37]_{\alpha}$  и  $[010]_{Cr_2N}$



**Рис. 3.** Структура стали 08X22GA1,24, закаленной от 1180 °С, после старения при 550 °С и деформации СД:  
 а – светлопольное изображение в рефлексе  $111_{\gamma}$ ;  
 б – темнопольное изображение в рефлексе  $2\bar{1}0_{Cr_2N}$  и микродифракция

$(110)_{\alpha}$  присутствуют как мелкие (до 100 нм) кристаллиты, так и более крупные кристаллические фрагменты  $\alpha$ -фазы субмикронных размеров (см. рис. 4 в). На снимках рис. 4 а, 4 в видна вытянутость зерен, происходит формирование дислокационных и ячеистых структур. Относительно небольшой контраст между светлыми и темными участками на светлопольных изображениях и микродифракции в виде неоднородных колец свиде-

тельствуют о преобладании малоугловых разориентировок между субзернами феррита. На темнопольном изображении в нитридном рефлексе на рис. 4 г наблюдаются дисперсные нитриды, возникшие в результате диспергирования и частичного деформационного растворения при СД первичных (не растворившихся при нагреве под закалку) и вторичных (выделившихся при старении) нитридов  $Cr_2N$ . Рис. 4 свидетельствует



**Рис. 4.** Структура стали 08X22GA1,24, закаленной от 1180 °С после старения при 650 °С и деформации СД: а – светлопольное изображение; б – микродифракция (стрелками указаны кольца Cr<sub>2</sub>N и ОЦК); в – темнопольное изображение в рефлексе (110)<sub>α</sub>; г – темнопольное изображение в рефлексе 002<sub>Cr2N</sub>

о большем деформационном диспергировании исходной структуры α-фазы, сформированной старением при 650 °С, по сравнению с трансформацией при СД аустенитных структур в закаленной [16] и состаренной при 550 °С (см. рис. 3) стали.

О частичном деформационном растворении при рассматриваемом режиме СД нитридов в отожженной при 650 °С стали 08X22GA1,24 свидетельствуют результаты проведенного в работе [19] углубленного анализа методом мессбауэровской спектроскопии. Установлено, что в условиях холодной деформации при комнатной температуре содержание хрома в ферритной матрице состаренной стали возрастает от 18,5 до 20,6 ат. %, а вместе с хромом (в количестве 2,1 ат. %) в матрицу попадает азот, и происходит легирование азотом α-ОЦК твердого раствора. Неравновесному растворению нитридов хрома может сопутствовать конкурирующий процесс динамического старения, связанного с распадом этого метастабильного пересыщенного азотом твердого раствора. Динамическое старение в исследуемой высокоазотистой стали стимулируется высоким химическим потенциалом образования нитридов хрома, диффузионной подвижностью азота и непрерывной генерацией большого количества точечных дефектов при мегапластической деформации СД [19–21].

Данные по фазовому составу и микротвердости по методу восстановленного отпечатка стали после различных термических обработок и деформации СД представлены в таблице 1. Из таблицы 1 следует, что старение при 650 °С приводит к упрочнению стали (до 394 HV<sub>0,025</sub>) по сравнению с закалкой (362 HV<sub>0,025</sub>).

Деформация СД при комнатной температуре состаренной при 650 °С стали с исходной феррито-нитридной структурой (100 об. % α) приводит к более эффективному упрочнению (до 930 HV<sub>0,025</sub>), чем у стали с исходной аустенитно-нитридной структурой, формируемой в результате закалки и закалки с последующим старением при 550 °С (рост твердости при СД составил соответственно до 830 и 888 HV<sub>0,025</sub>).

Таким образом, деформация СД состаренной при 650 °С стали с исходной феррито-нитридной структурой приводит к частичному растворению нитридов хрома и формированию наиболее однородной, диспергированной и высокопрочной нано- и субмикрористаллической структуры α-фазы по сравнению со структурами γ+(15–20 об. % α), сформированными методом СД в закаленной и в состаренной при 550 °С стали с исходной аустенитной структурой матрицы (см. рис. 3, 4, таблицу 1). Максимальное деформационное упрочнение при СД стали с перлитоподобной феррито-нитридной структурой обусловлено активизацией целого ряда механизмов упрочнения α-фазы: зернограничного и дислокационного (при формировании нано- и субмикрористаллической структуры), твердорастворного (при растворении нитридов хрома) и дисперсионного (нанонитридами хрома, сохранившимися при неполном деформационном растворении первичных и вторичных нитридов и, возможно, выделившимися при динамическом старении).

В таблице 2 приведены данные микроиндентирования поверхности образцов стали 08X22GA1,24, подвергнутых закалке и различным режимам старения,

**Таблица 1.** Влияние термической обработки и деформации СД на фазовый состав и микротвердость стали 08X22ГА1,24

Обработка	$\gamma$ , об. %	$\alpha$ , об. %	HV0,025
Закалка от 1180 °С	100	0	362±7
Закалка+550 °С, 0,5ч	95	5	364±8
Закалка+650 °С, 2,5ч	0	100	394±10
Закалка+СД	85	15	830±18
Закалка+550 °С, 0,5ч+СД	80	20	888±29
Закалка+650 °С, 2,5ч+СД	0	100	930±30

**Таблица 2.** Результаты микроиндентирования при максимальной нагрузке на индентор 0,25 Н образцов стали 08X22ГА1,24 после различных термических обработок и деформирования сдвигом под давлением

Состояние образца	$h_{max}$ , мкм	$h_p$ , мкм	$H_{IT}$ , ГПа	$E^*$ , ГПа	% R	$H_{IT}/E^*$	$H_{IT}^3/E^{*2}$
Закалка 1180 °С	1,70	1,58	4,1±0,3	187	7,1	0,022	0,0020
Закалка+550 °С, 0,5ч	1,65	1,56	4,2±0,2	241	5,5	0,017	0,0012
Закалка+650 °С, 2,5ч	1,61	1,52	4,5±0,3	235	5,6	0,019	0,0016
Закалка+СД	1,24	1,09	8,7±0,9	209	12,1	0,041	0,0151
Закалка+550 °С+СД	1,16	1,02	9,9±1,0	233	12,1	0,043	0,0180
Закалка+650 °С+СД	1,16	0,99	10,4±0,5	207	14,7	0,050	0,0262

Примечания:  $h_{max}$  – максимальная глубина вдавливания индентора;

$h_p$  – остаточная глубина вдавливания индентора после снятия нагрузки;

$H_{IT}$  – твердость вдавливания при максимальной нагрузке;

$E^*$  – контактный модуль упругости;

% R =  $((h_{max} - h_p) / h_{max}) \times 100$  % – упругое восстановление [22; 23].

а также дополнительной деформации СД. Из представленных результатов следует, что деформация СД для всех термических обработок обуславливает снижение максимальной  $h_{max}$  и остаточной  $h_p$  глубины вдавливания, а также рост значений твердости вдавливания при максимальной приложенной нагрузке  $H_{IT}$ . После деформации СД значительно повышаются расчетные характеристики %R и  $H_{IT}/E^*$ , отражающие повышение способности деформироваться в упругой области без остаточного формоизменения [22–24], а также отношение  $H_{IT}^3/E^{*2}$ , которому пропорционально напряжение течения  $P_y$  материала [25]. Последнее свидетельствует об увеличении сопротивления поверхности стали после обработки СД пластическому деформированию после начала течения металла.

По данным микроиндентирования сталь после старения при 650 °С (с исходной феррито-нитридной структурой) и последующей деформации СД обладает повышенным сопротивлением пластическому деформированию при контактном механическом нагружении по сравнению с деформированными СД закаленной и состаренной при 550 °С сталью с исходной аустенитной структурой металлической матрицы. На это указывают максимальные значения  $H_{IT}$  и расчетных параметров % R,  $H_{IT}/E^*$  и  $H_{IT}^3/E^{*2}$  у стали после обработки «Закалка+650 °С+СД». Повышенные микромеханические характеристики состаренной при 650 °С и деформированной методом СД стали 08X22ГА1,24 обусловлены интенсивным диспергированием феррита и нитридов, а также частичным растворением нитридной фазы [19] с соответствующим твердорастворным (атомами азота) и дисперсионным (частицами нитрида Cr<sub>2</sub>N) упрочнением  $\alpha$ -фазы.

## ВЫВОДЫ

1. Высокотемпературное старение при 650 °С продолжительностью 2,5 ч закаленной от 1180 °С высокоазотистой (1,24 масс. % N) аустенитной стали 08X22ГА1,24 приводит к выделению из аустенита азота и хрома, стабилизирующих  $\gamma$ -фазу, с образованием тонких протяженных вторичных нитридов Cr<sub>2</sub>N, а при охлаждении от температуры старения из обедненной азотом  $\gamma$ -фазы формируется перлитоподобная структура с прослойками  $\alpha$ -фазы (феррита).

2. Деформация СД при комнатной температуре стали, состаренной при 650 °С и имеющей исходную феррито-нитридную структуру, приводит к более интенсивному диспергированию структуры и, как следствие, к формированию наиболее однородной нано- и субмикрорекристаллической структуры  $\alpha$ -фазы по сравнению с деформированными структурами закаленной и состаренной при 550 °С стали (с аустенитной структурой матрицы). После старения при 650 °С отмечено также наиболее эффективное повышение микротвердости и сопротивления упруго-пластическим деформациям при контактном нагружении вследствие частичного растворения в  $\alpha$ -ОЦК фазе при деформации СД нитридов хрома и активизации зернограничного, дислокационного, твердорастворного и дисперсионного механизмов упрочнения  $\alpha$ -фазы.

3. Таким образом, деформация методом сдвига под давлением (СД) – эффективный способ деформационного упрочнения, диспергирования структуры и растворения нитридов высокоазотистой аустенитной стали, подвергнутой высокотемпературному (при 650 °С) старению.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России по теме «Структура» № 01201463331 и Комплексной программы УрО РАН, проект № 15-15-2-16. Электронная просвечивающая микроскопия выполнена в Центре коллективного пользования «Электронная микроскопия» УрО РАН – отделе электронной микроскопии «Испытательного центра нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН.

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Рашев Ц. Высокоазотистые стали. Металлургия под давлением. София: Изд-во Болгарской академии наук, 1995. 268 с.
2. Gavriljuk V.G., Berns H. High nitrogen steel: structure, properties, manufacture, applications. Berlin: Springer, 1999. 378 p.
3. Банных О.А. Экономичные нержавеющие азотистые стали как перспективный заменитель легких сплавов // Металловедение и термическая обработка металлов. 2005. № 7. С. 9–13.
4. Rashev T. High Nitrogen Steels and Metallurgy under Pressure // Transaction of the Indian Institute of Metals. 2002. Vol. 55. № 4. P. 201–211.
5. Hänninen H., Romu J., Ilola R., Tervo J., Laitinen A. Effects of processing and manufacturing of high nitrogen-containing stainless steels on their mechanical, corrosion and wear properties // Journal of Materials Processing Technology. 2001. Vol. 117. № 3. P. 424–430.
6. Макаров А.В., Коршунов Л.Г., Счастливец В.М., Черненко Н.Л., Филиппов Ю.И. Структура, трибологические и механические свойства азотсодержащих высокохромистых сталей с мартенситной основой // Физика металлов и металловедение. 2003. Т. 96. № 3. С. 101–112.
7. Rawers J.C. Wear testing of high Fe-N-C steels // Wear. 2005. Vol. 258. № 1-4 (spec. iss.). P. 32–39.
8. Саврай Р.А., Макаров А.В., Горкунов Э.С., Печеркина Н.Л., Роговая С.А., Осинцева А.Л., Калинин Г.Ю., Мушников С.Ю. Механические характеристики азотистой аустенитной стали 04X20H6Г11M2АФБ при статическом растяжении в интервале температур от –70 до +140 °С // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2015. № 4. С. 100–107.
9. Митропольская С.Ю., Вичужанин Д.И., Березовская В.В., Туева Е.А. Влияние упруго-пластического деформирования на структуру и магнитные свойства высокопрочной коррозионностойкой аустенитной стали типа 03X20AG11H7M2 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2011. № 2. С. 17–21.
10. Горкунов Э.С., Задворкин С.М., Туева Е.А., Горулева Л.С., Подкорытова А.В. Влияние упругопластической деформации на структуру и магнитные свойства стали 04X20H6Г11M2АФБ // Деформация и разрушение материалов. 2011. № 10. С. 34–40.
11. Капуткина Л.М., Прокошкина В.Г., Крысина Н.Н. Структура и мартенситные превращения при деформации углерод- и азотсодержащих сплавов железа // Металлы. 2001. № 6. С. 80–84.
12. Костина М.В., Дымов А.В., Блинов В.М., Банных О.А. Влияние пластической деформации на структуру и свойства высокоазотистых сплавов системы Fe-Cr // Металловедение и термическая обработка металлов. 2002. № 1. С. 8–13.
13. Shabashov V.A., Korshunov L.G., Mukoseev A.G., Sagaradze V.V., Makarov A.V., Pilyugin V.P., Novikov S.I., Vildanova N.F. Deformation-induced phase transitions in a high-carbon steel // Materials Science and Engineering A. 2003. Vol. 346. № 1-2. P. 196–207.
14. Сагарадзе В.В., Шабашов В.А. Аномальные диффузионные фазовые превращения в сталях при интенсивной холодной деформации // Физика металлов и металловедение. 2011. Т. 112. № 2. С. 155–174.
15. Shabashov V.A., Borisov S.V., Litvinov A.V., Zamatovsky A.E., Lyashkov K.A., Sagaradze V.V., Vildanova N.F. Mechanomaking of nanostructure in nitrided Fe-Cr alloys by cyclic “dissolution–precipitation” deformation-induced transformations // High Pressure Research. 2013. Vol. 33. № 4. P. 795–812.
16. Макаров А.В., Лучко С.Н., Шабашов В.А., Волкова Е.Г., Осинцева А.Л., Заматовский А.Е., Литвинов А.В., Сагарадзе В.В. Структурно-фазовые превращения и микромеханические свойства высокоазотистой аустенитной стали, деформированной сдвигом под давлением // Физика металлов и металловедение. 2017. Т. 118. № 1. С. 55–68.
17. Горкунов Э.С., Макаров А.В., Задворкин С.М., Осинцева А.Л., Митропольская С.Ю., Буров С.В., Саврай Р.А., Роговая С.А., Рашев Ц., Жекова Л. Электромагнитный контроль фазового состава, твердости и износостойкости высокоазотистых нержавеющих сталей // Дефектоскопия. 2012. № 12. С. 19–30.
18. Теплов В.А., Пилюгин В.П., Кузнецов Р.И., Тупица Д.И., Шабашов В.А., Гундырев В.М. Фазовый ОЦК–ГЦК переход, вызываемый деформацией под давлением сплава железо–никель // Физика металлов и металловедение. 1987. Т. 64. № 1. С. 93–100.
19. Шабашов В.А., Макаров А.В., Козлов К.А., Сагарадзе В.В., Заматовский А.Е., Волкова Е.Г., Лучко С.Н. Деформационно-индуцированное растворение и выделение нитридов в аустените и феррите высокоазотистой нержавеющей стали // Физика металлов и металловедение 2018. Т. 119. № 2. С. 193–204.
20. Ehrhart P. Atomic Defects in Metals – Ir // Atomic defects in metals. Landolt-Börnstein–Group III Condensed Matter 25. Springer, 1991. P. 242–250.
21. Berns H., Gavriljuk V., Reindner S. High interstitial stainless austenitic steels. Berlin: Springer, 2013. 367 p.
22. Page T.F., Hainsworth S.V. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique // Surface and Coatings Technology. 1993. Vol. 61. № 1-3. P. 201–208.
23. Петржик М.И., Левашов Е.А. Современные методы изучения функциональных поверхностей перспективных материалов в условиях механического контакта // Кристаллография. 2007. Т. 52. № 6. С. 1002–1010.



24. Cheng Y.T., Cheng C.M. Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation // *Applied Physics Letters*. 1998. Vol. 73. № 5. P. 614–618.
  25. Mayrhofer P.H., Mitterer C., Musil J. Structure-property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2003. Vol. 174-175. P. 725–731.
- REFERENCES**
1. Rashev Ts. *Vysokoazotistye stali. Metallurgiya pod davleniem* [High-Nitrogen steels. Metallurgy under Pressure]. Sofiya, Bolgarskaya akademiya nauk Publ., 1995. 268 p.
  2. Gavriljuk V.G., Berns H. *High nitrogen steel: structure, properties, manufacture, applications*. Springer, 1999. 378 p.
  3. Bannykh O.A. Economical stainless nitrogen steels: promising substitutes of light alloys. *Metal Science and Heat Treatment*, 2005, vol. 47, no. 7-8, pp. 261–265.
  4. Rashev T. High Nitrogen Steels and Metallurgy under Pressure. *Transaction of the Indian Institute of Metals*, 2002, vol. 55, no. 4, pp. 201–211.
  5. Hänninen H., Romu J., Ilola R., Tervo J., Laitinen A. Effects of processing and manufacturing of high nitrogen-containing stainless steels on their mechanical, corrosion and wear properties. *Journal of Materials Processing Technology*, 2001, vol. 117, no. 3, pp. 424–430.
  6. Makarov A.V., Korshunov L.G., Schastlivtsev V.M., Chernenko N.L., Filipov Yu.I. Structure and tribological and mechanical properties of high-chromium nitrogen-containing martensite-based steels. *The Physics of Metals and Metallography*, 2003, vol. 96, no. 3, pp. 339–350.
  7. Rawers J.C. Wear testing of high Fe-N-C steels. *Wear*, 2005, vol. 258, no. 1-4 (spec. iss.), pp. 32–39.
  8. Savray R.A., Makarov A.V., Gorkunov E.S., Pecherkinina N.L., Rogovaya S.A., Osintseva A.L., Kalinin G.Yu., Mushnikova S.Yu. Mechanical characteristics of nitrogen-containing austenitic 04KH20N6G11M2AFB steel under static tension at temperatures from –70 to +140 °C. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2015, no. 4, pp. 100–107.
  9. Mitropol'skaya S.Yu., Vichuzhanin D.I., Berezovskaya V.V., Tueva E.A. Effect of elastoplastic deformation on the structure and magnetic properties of high-strength corrosion-resistant austenitic steel of type 03Kh20AG11N7M2. *Metal Science and Heat Treatment*, 2011, vol. 53, no. 1-2, pp. 65–69.
  10. Gorkunov E.S., Zadvorkin S.M., Tueva E.A., Goruleva L.S., Podkopytova A.V. Effect of elastic-plastic deformation on the structure and magnetic properties 04KH20N6G11M2AFB steel. *Deformatsiya i razrusheniye materialov*, 2011, no. 10, pp. 34–40.
  11. Kaputkina L.M., Prokoshkina V.G., Krysina N.N. Structure and strain-induced martensitic transformations of carbon-containing iron-based alloys. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2001, no. 6, pp. 628–632.
  12. Kostina M.V., Dymov A.V., Blinov V.M., Bannykh O.A. The effect of plastic strain on the structure and properties of high-nitrided alloys of the Fe-Cr system. *Metal Science and Heat Treatment*, 2002, vol. 44, no. 1-2, pp. 9–14.
  13. Shabashov V.A., Korshunov L.G., Mukoseev A.G., Sagaradze V.V., Makarov A.V., Pilyugin V.P., Novikov S.I., Vildanova N.F. Deformation-induced phase transitions in a high-carbon steel. *Materials Science and Engineering A*, 2003, vol. 346, no. 1-2, pp. 196–207.
  14. Sagaradze V.V., Shabashov V.A. Anomalous diffusion phase transformations in steels upon severe cold deformation. *The Physics of Metals and Metallography*, 2011, vol. 112, no. 2, pp. 146–164.
  15. Shabashov V.A., Borisov S.V., Litvinov A.V., Zamatovsky A.E., Lyashkov K.A., Sagaradze V.V., Vildanova N.F. Mechanomaking of nanostructure in nitrided Fe-Cr alloys by cyclic “dissolution–precipitation” deformation-induced transformations. *High Pressure Research*, 2013, vol. 33, no. 4, pp. 795–812.
  16. Makarov A.V., Luchko S.N., Shabashov V.A., Volkova E.G., Osintseva A.L., Zamatovsky A.E., Litvinov A.V., Sagaradze V.V. Structural and phase transformations and micromechanical properties of the high-nitrogen austenitic steel deformed by shear under pressure. *The Physics of Metals and Metallography*, 2017, vol. 118, no. 1, pp. 52–64.
  17. Gorkunov E.S., Makarov A.V., Zadvorkin S.M., Osintseva A.L., Mitropolskaya S.Yu., Burov S.V., Savray R.A., Rogovaya S.A., Rashev Ts., Zhekova L. Electromagnetic control of composition, hardness, and wear-resistance of high-nitrogen stainless steels. *Defektoskopiya*, 2012, no. 12, pp. 19–30.
  18. Teplov V.A., Pilyugin V.P., Kuznetsov R.I., Tupitsa D.I., Shabashov V.A., Gundyrev V.M. The BCC-FCC transition induced by deformation under pressure of an iron-nickel alloy. *The Physics of Metals and Metallography*, 1987, vol. 64, no. 1, pp. 83–89.
  19. Shabashov V.A., Makarov A.V., Kozlov K.A., Sagaradze V.V., Zamatovsky A.E., Volkova E.G., Luchko S.N. Deformation-induced dissolution and precipitation of nitrides in austenite and ferrite of high nitrogen stainless steel. *The Physics of Metals and Metallography*, 2018, vol. 119, no. 2, pp. 196–206.
  20. Ehrhart P. Atomic Defects in Metals – Ir. *Atomic defects in metals*. Landolt-Börnstein–Group III Condensed Matter 25. Springer, 1991, pp. 242–250.
  21. Berns H., Gavriljuk V., Reindner S. *High interstitial stainless austenitic steels*. Springer, 2013. 367 p.
  22. Page T.F., Hainsworth S.V. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique. *Surface and Coatings Technology*, 1993, vol. 61, no. 1-3, pp. 201–208.
  23. Petrzlik M.I., Levashov E.A. Modern methods for investigating functional surfaces of advanced materials by mechanical contact testing. *Crystallography Reports*, 2007, vol. 52, no. 6, pp. 966–974.
  24. Cheng Y.T., Cheng C.M. Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation. *Applied Physics Letters*, 1998, vol. 73, no. 5, pp. 614–618.
  25. Mayrhofer P.H., Mitterer C., Musil J. Structure-property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2003, vol. 174-175, pp. 725–731.

**THE STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND MICROMECHANICAL CHARACTERISTICS  
OF HIGH-NITROGEN AUSTENITIC STEEL AFTER HIGH-TEMPERATURE AGEING  
AND DEFORMATION BY SHEAR UNDER PRESSURE**

© 2017

**A.V. Makarov**, Doctor of Sciences (Engineering),

Head of Department of Materials Science and Laboratory of Mechanical Properties

*M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

*Institute of Engineering Science of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**S.N. Luchko**, postgraduate student

**E.G. Volkova**, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher

*M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**A.L. Osintseva**, PhD (Engineering), senior researcher

*Institute of Engineering Science of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**A.V. Litvinov**, PhD (Engineering), senior researcher

*M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**Keywords:** high-nitrogen austenitic steel; shear under pressure; nanostructuring; nitrides dissolving; micromechanical properties.

**Abstract:** The development of high-nitrogen sparingly alloyed steels is one of the advanced directions in creating high-strength, wear- and corrosion-resistant materials. Current paper studies the influence of large plastic deformations implemented by the method of shear under pressure (SP) at the room temperature on the structure evolution (using the methods of electron transmission microscopy and X-ray diffraction analysis) and the feasibilities of hardening 08Kh22GA1.24 high-nitrogen (1.24 wt. % N) austenitic steel with the initial  $\alpha$ -BCC structure of metal matrix. Steel was produced using the method of nitrogen counterpressure casting and was hardened at the temperature of 1180 °C with the following high-temperature ageing at 650 °C for 2.5 hours forming the ferrite ( $\alpha$ -BCC) structure with thin extended secondary  $\text{Cr}_2\text{N}$  chromium nitrides. SP deformation of aged at 650 °C steel with the initial ferrite-nitride structure causes the subsolution of chromium nitrides and the formation of the most homogeneous and dispersed nano- and sub-microcrystalline  $\alpha$ -phase structure compared with the  $\gamma+(15-20 \text{ vol. } \%) \alpha$  structures formed by SP method in the aged at 550 °C and in the hardened steel with the initial austenitic matrix structure. Using the restituted-indentation method for microhardness measuring, it is determined that SP deformation of aged at 650 °C steel with the perlite-like ferrite-nitride structure leads to more effective hardening (up to 930 HV0.025) than of steel with the initial austenitic-nitride structure after quenching, quenching and ageing at 550 °C (hardness growth at SP deformation is up to 830 and 889 HV0.025 respectively). According to the microindentation data, after annealing at 650 °C and SP deformation, steel has the increased resistance to the elastic-plastic deformation upon the mechanical contact loading as well.

## ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА УПРОЧНЕНИЕ И КАЧЕСТВО АЗОТИРОВАННОЙ ПОВЕРХНОСТИ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

© 2017

**А.В. Макаров**, доктор технических наук,  
заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств  
*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*  
*Институт машиноведения УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*

**Г.В. Самойлова**, аспирант  
*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*

**А.С. Мамаев**, кандидат технических наук, научный сотрудник  
*Институт электрофизики УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*

**А.Л. Осинцева**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

**Р.А. Саврай**, кандидат технических наук, заведующий лабораторией конструкционного материаловедения  
*Институт машиноведения УрО РАН, Екатеринбург (Россия)*

**Ключевые слова:** аустенитная нержавеющая сталь; фрикционная обработка; мартенсит деформации; электронный пучок; плазма; микротвердость; шероховатость.

**Аннотация:** Актуальным является поиск эффективных способов упрочнения (при сохранении высокого качества поверхности) аустенитных хромоникелевых сталей – термически неупрочняемых и склонных к адгезии конструкционных материалов. В настоящей работе с использованием методов электронной сканирующей микроскопии, оптической профилометрии и микродюрометрии изучено влияние комбинированной обработки, включающей наноструктурирующую фрикционную обработку скользящим индентором в комплексе с азотированием в плазме электронного пучка при температурах  $T_A=300-500$  °С, на упрочнение, качество и шероховатость поверхности метастабильной аустенитной стали 04X17H8T. Для сравнения исследовали плазменное азотирование недеформированной крупнокристаллической стали. После предварительного наноструктурирования поверхности стали фрикционной обработкой при последующем азотировании при  $T_A=350$  °С установлен существенный рост толщины упрочненного слоя. Указанная температура является минимальной температурой эффективного азотирования как деформационно-наноструктурированной, так и крупнокристаллической стали. Предварительная деформационная обработка препятствует сильному росту шероховатости и ухудшению качества поверхности при азотировании вследствие подавления выделений по границам зерен и субзерен нитридных фаз, приводящих к «вспучиванию» поверхности недеформированной стали. Однако на поверхности стали, подвергнутой фрикционной обработке, азотирование при  $T_A=500$  °С вызывает интенсивный блистеринг и порообразование. Это обусловлено возникновением в диффузионно-активном наноструктурированном поверхностном слое при азотировании повышенного количества  $\epsilon$ -фазы и газообразного азота. Снижение температуры азотирования от 500 до 350 °С способствует устранению блистеринга, порообразования, и, как следствие, уменьшению шероховатости (до  $Ra=0,1$  мкм) и улучшению качества поверхности азотированной стали, предварительно упрочненной фрикционной обработкой.

### ВВЕДЕНИЕ

Аустенитные хромоникелевые стали находят широкое применение в нефтегазовой, химической, пищевой и других отраслях промышленности. Эти стали отличаются высокой коррозионной стойкостью и технологичностью, однако имеют ряд недостатков, к которым можно отнести склонность к адгезии при трении и низкие прочностные свойства. Указанные недостатки нельзя устранить термической обработкой. Эффективный рост твердости, износостойкости, усталостной прочности и коррозионной стойкости аустенитных хромоникелевых сталей достигается проведением азотирования [1]. Перспективно использование для упрочнения рассматриваемых сталей ионно-плазменного азотирования в плазме низкоэнергетического электронного пучка [2; 3]. Особый интерес представляет низкотемпературное плазменное азотирование при температурах менее 450 °С, которое приводит к формированию метастабильной  $\gamma_N$ -фазы пересыщенного твердого раствора азота, обладающей высокой твердостью (11–15 ГПа) и коррозионной стойкостью [2; 4–7]. При более высоких температурах азотирования в приповерхностном

слое стали формируются нитриды хрома. Это уменьшает поток атомов хрома к поверхности и приводит к потере способности формировать защитный оксидный слой и снижению коррозионной стойкости стали [8]. Поэтому актуальным является поиск способов повышения скорости диффузии азота в объем модифицируемого материала при низких температурах азотирования.

Скорость диффузии атомарного азота в объем материала зависит не только от температуры, элементного и фазового состава материала, но и от способа предварительной обработки поверхности [9]. Эффективность процесса низкотемпературного плазменного азотирования может быть повышена проведением предварительных деформационных наноструктурирующих обработок, в частности, обработки SMAT (*surface mechanical attrition treatment*) – ультразвуковой обработки шариками [10–12] или интенсивной дробеструйной обработки [13].

Практически значимым способом деформационной наноструктурирующей обработки поверхности является фрикционная обработка скользящими инденторами [14], которая может успешно применяться для упрочнения аустенитных сталей [15; 16] и рассматривается

в качестве финишной технологической операции при обработке хромоникелевых сплавов [17]. Наноструктурирование и интенсивное деформационное упрочнение поверхностного слоя аустенитной хромоникелевой стали при одновременном формировании низкой шероховатости поверхности достигается проведением фрикционной обработки индентором из синтетического алмаза в среде аргона [18] и комбинированными фрикционно-термическими обработками, предусматривающими проведение после фрикционной обработки отжига при температурах 450–650 °С [19].

Цель работы – изучить влияние комбинированной обработки, включающей наноструктурирующую фрикционную обработку скользящим индентором в комплексе с последующим низкотемпературным азотированием в плазме электронного пучка при температурах 300–500 °С, на упрочнение, качество и шероховатость поверхности стали 04X17H8T в сравнении с воздействием азотирования на соответствующие характеристики недеформированной крупнокристаллической стали.

#### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследовали коррозионностойкую аустенитную сталь 04X17H8T состава в масс. %: 0,04C; 16,77Cr; 8,44Ni; 1,15Mn; 0,67Si; 0,32Ti; 0,31Cu; 0,26Mo; 0,12Co; 0,12V; 0,04P; 0,03Nb; 0,005S. Образцы размером 40×20×10 мм вырезали из листовой стали методом электроискровой резки и подвергали закалке от 1100 °С с охлаждением в воде, механическому шлифованию, электролитическому полированию и фрикционной обработке. Фрикционную обработку проводили скользящим индентором из синтетического алмаза с радиусом полусферы  $R=3$  мм в безокислительной среде аргона, нагрузке на индентор  $P=294$  Н, одиночном сканировании индентором при смещении на 0,02 мм на каждый двойной ход возвратно-поступательного движения. Далее образцы подвергались химической очистке в ультразвуковой ванне в ацетоне в течение 10 минут и помещались в вакуумную камеру для последующей ионно-плазменной обработки. Азотирование проводили в плазме электронного пучка согласно методике, описанной в [3], в течение 4 часов при энергии электронов пучка до 200 эВ для температуры азотирования  $T_A=500$  °С и до 120 эВ для  $T_A=450–300$  °С. Изменение плотности ионного тока на поверхности образцов от 2 до 7 мА/см<sup>2</sup> обеспечивалось регулировкой тока электронного пучка в пределах 1,9–7,0 А.

Исследование поверхностей осуществляли на электронном сканирующем микроскопе Tescan VEGA II XMU. Шероховатость поверхности образцов изучали на оптическом профилометре Wyko NT-1100. Фазовый состав образцов определяли на рентгеновском дифрактометре SHIMADZU XRD-7000 в  $\text{CuK}\alpha$ -излучении. Микротвердость поверхности образцов измеряли на приборе SHIMADZU HVM-G21DT при нагрузках 0,25–4,90 Н.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Как показали измерения микротвердости при нагрузке на индентор 0,25 Н (таблица 1), при температуре азотирования  $T_A=300$  °С наблюдается лишь относительно небольшое упрочнение тонкого поверхностного слоя

стали как в исходном электрополированном состоянии (от 180 до 300 HV 0,025), так и после фрикционной обработки (от 780 до 1000 HV0,025). Максимальное упрочнение тонкого поверхностного слоя до 1390–1460 HV0,025 достигается при  $T_A=350–450$  °С, а минимальная температура эффективного азотирования в плазме электронного пучка составляет  $T_A=350$  °С.

На рисунке 1 представлена зависимость микротвердости азотированной поверхности стали от глубины внедрения индентора Виккерса. Использование при измерениях микротвердости различных нагрузок на индентор Виккерса (от 0,25 Н до 4,90 Н) позволило анализировать слои с разной толщиной вследствие различной глубины проникновения индентора в материал.

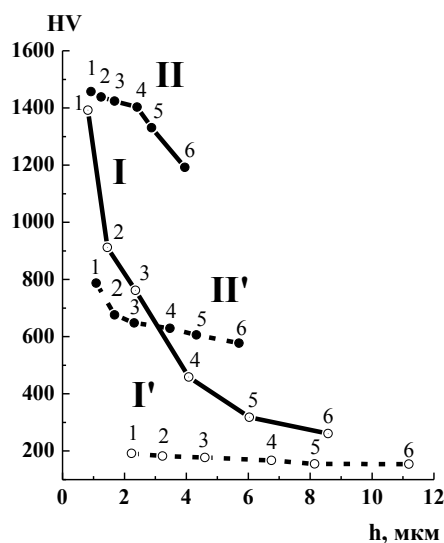
Видно, что у азотированной стали в исходном недеформированном состоянии увеличение нагрузки на индентор вызывает сильное снижение микротвердости вплоть до 260 HV0,5 (при нагрузке на индентор 4,90 Н) (см. рис. 1, кривая I). Это свидетельствует о малой толщине азотированного слоя у недеформированной стали. У подвергнутой фрикционной обработке и азотированной при  $T_A=350$  °С стали при увеличении нагрузки на индентор до 4,90 Н микротвердость не опускается ниже уровня 1190 HV0,5 (рис. 1, кривая II). После азотирования при  $T_A=350$  °С у подвергнутой фрикционной обработке стали с ростом нагрузки на индентор величина упрочнения снижается существенно менее интенсивно (см. рис. 1, кривая II), чем у электрополированной стали (см. рис. 1, кривая I). Рассмотренные результаты микродюрометрического исследования указывают на существенно более значительную глубину азотированного слоя в случае обработки аустенитной стали комбинированным способом, включающим проведение перед азотированием наноструктурирующей фрикционной обработки. Известно, что наличие повышенных коэффициентов диффузии азота у нанокристаллических материалов с большой протяженностью межзеренных границ [20; 21] позволяет увеличить скорость роста азотированного слоя на предварительно наноструктурированной поверхности [22; 23].

Дополнительным фактором, обуславливающим рост глубины азотированного слоя на образце, подвергнутом предварительной фрикционной обработке, является возникновение на поверхности исследуемой стали при фрикционном воздействии 95 об. %  $\alpha'$  мартенсита деформации (по данным рентгеноструктурного анализа). По сравнению с плотноупакованной ГЦК-кристаллической решеткой аустенита мартенситная фаза с менее плотноупакованной ОЦК-решеткой имеет более высокий коэффициент диффузии азота [24]. Важно подчеркнуть, что мартенсит деформации, сформированный на поверхности хромоникелевой аустенитной стали при фрикционной обработке, полностью сохраняется при нагреве до 450 °С [19].

Методом оптической профилометрии установлено (см. таблицу 1), что азотирование существенно ухудшает качество исходной электрополированной поверхности крупнокристаллической закаленной стали, имеющей шероховатость  $Ra=80$  нм: шероховатость возрастает до  $Ra=0,87–2,23$  мкм после азотирования при  $T_A=400–500$  °С и до  $Ra=0,27$  мкм – после азотирования при  $T_A=350$  °С. Это может быть обусловлено образованием в тонком поверхностном слое преимущественно по границам зерен и субзерен большого количества

**Таблица 1.** Влияние температуры азотирования в плазме электронного пучка  $T_A$  на микротвердость  $HV_{0,025}$  и среднеарифметическое отклонение профиля шероховатости поверхности  $Ra$  стали 04X17H8T

$T_A, ^\circ\text{C}$	Электрополировка + азотирование		Фрикционная обработка + азотирование	
	HV 0,025	$Ra, \mu\text{м}$	HV 0,025	$Ra, \mu\text{м}$
500	1210	0,88	1370	0,64
450	1430	2,23	1450	0,36
400	1450	0,87	1470	0,19
350	1390	0,27	1460	0,10
300	300	0,15	1000	0,09
Без азотирования	180	0,08	780	0,10



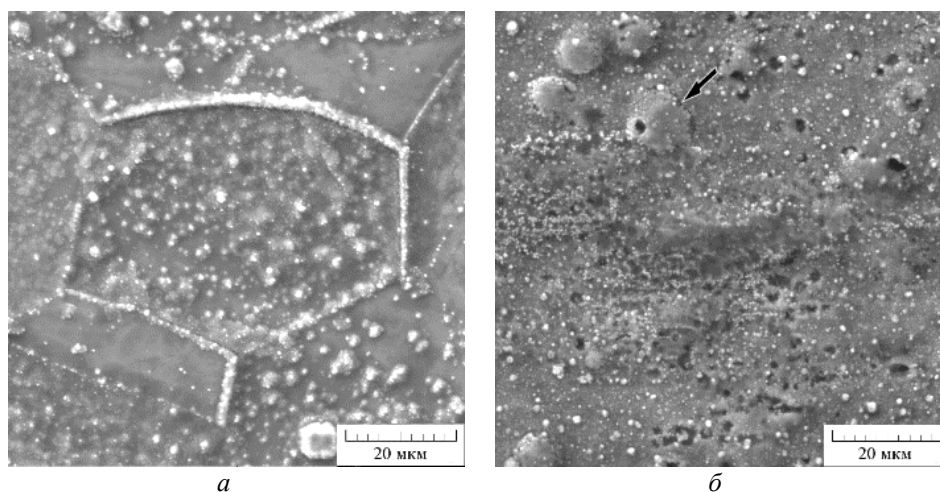
**Рис. 1.** Зависимости микротвердости  $HV$  поверхности стали 04X17H8T от глубины внедрения индентора Виккерса при нагрузках 0,25 Н (1), 0,49 Н (2), 0,98 Н (3), 1,96 Н (4), 2,94 Н (5) и 4,90 Н (6):  
 I – электрополировка + азотирование при  $T_A=350^\circ\text{C}$  (I' – электрополировка);  
 II – фрикционная обработка + азотирование при  $T_A=350^\circ\text{C}$  (II' – фрикционная обработка)

нитридных фаз, что приводит к деформации («вспучиванию», разворотам, сдвигам) крупных зерен и субзерен (см. рис. 2 а; 3 а, в). В литературе также отмечается формирование при ионно-плазменном азотировании своеобразной морфологии поверхности с большим количеством дефектов, образованных вследствие пластической деформации сдвига [25; 26]. При этом величина параметра шероховатости  $Ra$  возрастает с увеличением температуры обработки и может превышать 0,7 мкм [25], что считается неприемлемым в случае применения азотирования на финишном этапе обработки.

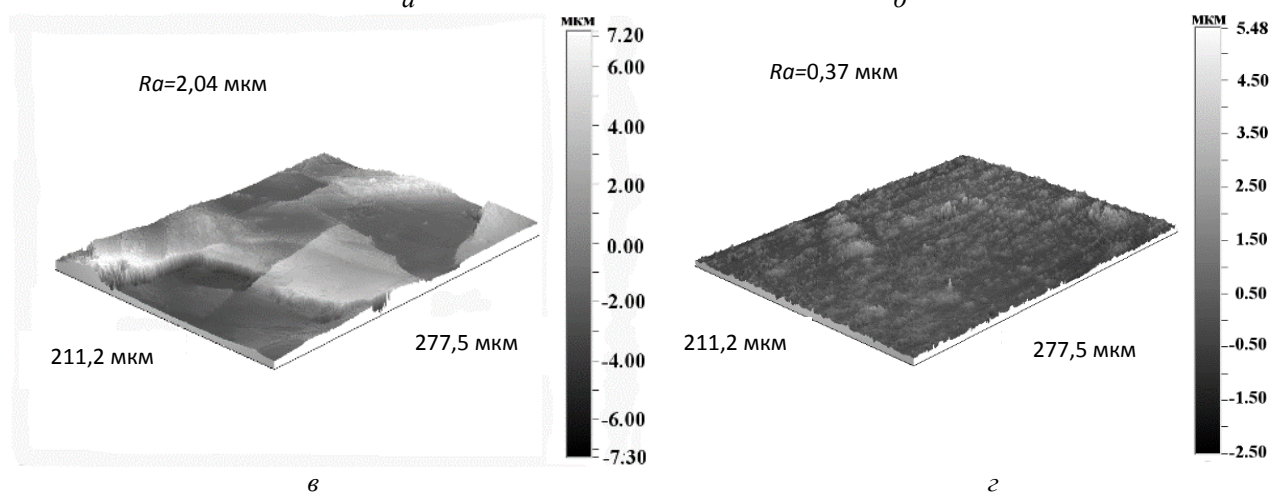
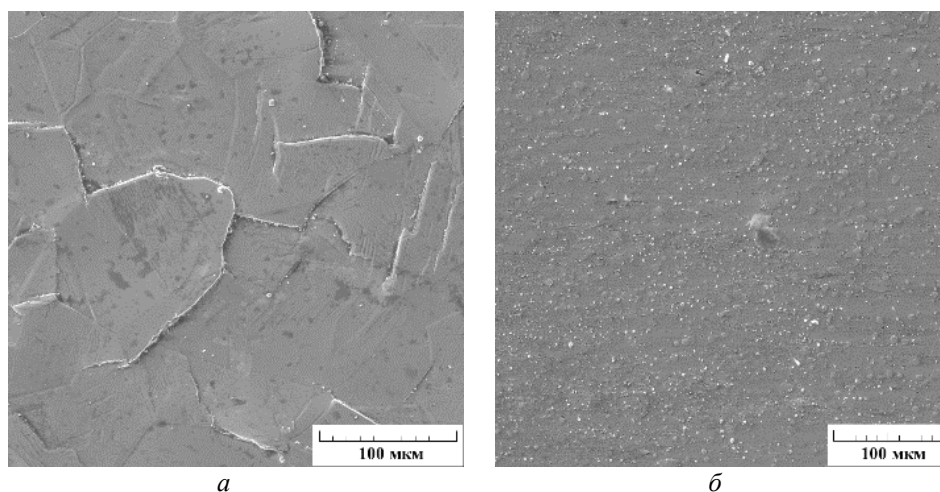
Из представленных в таблице данных следует, что предварительная (перед азотированием) наноструктурирующая фрикционная обработка скользящим индентором препятствует ухудшению качества поверхности, азотированной при всех температурах ( $T_A=300\text{--}500^\circ\text{C}$ ) (см. рис. 3 б). После азотирования наноструктурированной поверхности при температурах  $T_A=400\text{--}450^\circ\text{C}$  параметр шероховатости  $Ra$  возрастает от 0,10 мкм соответственно до 0,19 и 0,36 мкм (см. см. таблицу 1, рис. 3 г), в то время как у электрополированной крупнокристаллической стали параметр  $Ra$  после азотирования при

данных температурах возрастает соответственно до 0,87 и 2,23 мкм (см. см. таблицу 1, рис. 3 а, в). А азотирование при минимальных температурах  $T_A=300\text{--}350^\circ\text{C}$  и вовсе не сопровождается ростом шероховатости наноструктурированной поверхности (среднеарифметическое отклонение профиля шероховатости  $Ra$  как после фрикционной обработки, так и после азотирования при указанных температурах не превышает 0,1 мкм) (см. таблицу 1, рис. 4).

Рисунок 2 б показывает, что после азотирования при  $T_A=500^\circ\text{C}$  на поверхности, наноструктурированной фрикционной обработкой, не наблюдается характерного для азотирования крупнокристаллической стали «вспучивания» зерен вследствие их малых размеров. Однако на наноструктурированной поверхности после азотирования отмечается появление многочисленных пор и блистеров (округлых «вспучиваний»), характеризующихся разрывами металла. В результате блистеринга шероховатость поверхности стали после фрикционной обработки и азотирования при температуре  $T_A=500^\circ\text{C}$  лишь не на много меньше ( $Ra=0,64$  мкм), чем у недеформированной поверхности после азотирования



**Рис. 2.** Изображения на электронном сканирующем микроскопе поверхности стали 04X17H8T:  
 а – электрополировка + азотирование при  $T_A=500\text{ }^\circ\text{C}$ ;  
 б – фрикционная обработка + азотирование при  $T_A=500\text{ }^\circ\text{C}$



**Рис. 3.** Изображения на электронном сканирующем микроскопе (а, б) и трехмерные профилограммы (в, г) поверхности стали 04X17H8T:  
 а, в – электрополировка + азотирование при  $T_A=450\text{ }^\circ\text{C}$ ;  
 б, г – фрикционная обработка + азотирование при  $T_A=450\text{ }^\circ\text{C}$

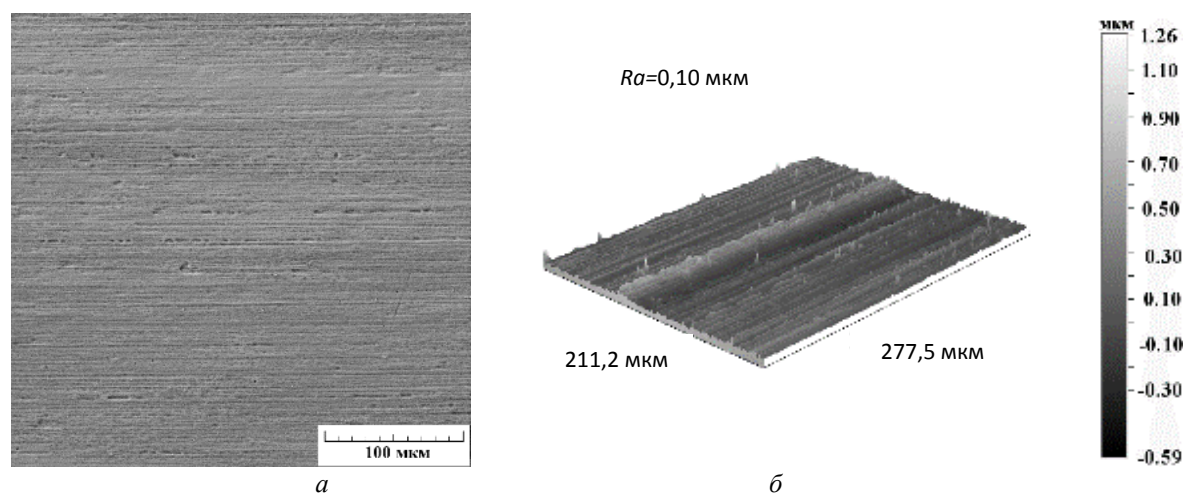


Рис. 4. Изображение на электронном сканирующем микроскопе (а) и трехмерная профилограмма (б) поверхности стали после фрикционной обработки и азотирования при  $T_A=350\text{ }^\circ\text{C}$

( $Ra=0,88\text{ мкм}$ ) (см. таблицу 1). Блистеринг на наноструктурированной и азотированной поверхности свидетельствует об ускоренной диффузии в нее атомов азота, что приводит к формированию в поверхностном слое стали повышенного количества  $\epsilon$ -фазы и газообразного азота.

Подобный механизм образования газовых полостей и блистеров в приповерхностном слое наблюдается и при имплантации больших доз ионов инертных газов (гелия или аргона) или при отжиге нержавеющей аустенитной стали 12X18H10T, предварительно облученной низкоэнергетическими альфа-частицами [27]. Пузыри из газообразного азота могут формироваться также под растущей оксидной пленкой, возникающей на поверхности азотированного слоя в результате высокотемпературного окисления [28]. Вызванное большими концентрациями азота и количества  $\epsilon$ -фазы «вспучивание» поверхностного слоя обуславливает его выкрашивание при последующей механической обработке, что должно отрицательно сказаться на износостойкости азотированного слоя [29].

Возникновение пор, трещин и других несплошностей металла в результате блистеринга не только ухудшает качество поверхности, но и ослабляет поверхностный слой, провоцируя его повреждения (на рис. 2 б стрелкой отмечена трещина, образовавшаяся в результате блистеринга). Понижение температуры от  $500\text{ }^\circ\text{C}$  до  $450\text{ }^\circ\text{C}$  при азотировании наноструктурированной поверхности стали обеспечивает снижение параметра шероховатости  $Ra$  от 0,64 до 0,36 мкм (см. таблицу 1). При этом блистеры исчезают полностью (см. рис. 3 б), количество пор снижается в 3 раза, а площадь поверхности, занимаемая порами, уменьшается с 3,7 % до 0,3 % [3]. При дальнейшем снижении температуры азотирования до  $T_A=350\text{ }^\circ\text{C}$  удается практически полностью избежать порообразования и блистеринга на наноструктурированной поверхности (рис. 4 а), параметр шероховатости  $Ra$  которой составляет 0,1 мкм (см. таблицу 1, рис. 4 б). При этом на поверхности достигается повышенная твердость 1460 HV<sub>0,025</sub> (см. таблицу 1) и глубина азотированного слоя (см. рис. 1, кривая II).

Следует отметить, что устранение блистеринга и порообразования может достигаться не только снижением температуры обработки, что существенно умень-

шает скорость роста упрочненных слоев [25], но и применением газоциклического азотирования [3; 30].

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Установлено, что предварительное наноструктурирование поверхностного слоя аустенитной хромоникелевой стали 04X17H8T фрикционной обработкой индентором из синтетического алмаза в среде аргона обуславливает существенный рост толщины слоя, упрочненного последующим азотированием в плазме электронного пучка при температуре азотирования  $T_A=350\text{ }^\circ\text{C}$ . При снижении температуры азотирования до  $T_A=300\text{ }^\circ\text{C}$  эффективность упрочнения резко снижается.

Плазменное азотирование существенно ухудшает качество (приводит к росту шероховатости) исходной электрополированной поверхности крупнокристаллической закаленной стали вследствие образования преимущественно по границам зерен и субзерен большого количества нитридных фаз, что приводит к деформации («вспучиванию», разворотам) указанных зерен и субзерен.

Предварительная (перед азотированием) наноструктурирующая фрикционная обработка скользящим индентором препятствует ухудшению качества поверхности при плазменном азотировании. Однако после азотирования при  $500\text{ }^\circ\text{C}$  на наноструктурированной поверхности наблюдается интенсивный блистеринг и порообразование. Это свидетельствует об ускоренной диффузии азота в наноструктурированную поверхность, что приводит к формированию в поверхностном слое стали повышенного количества  $\epsilon$ -фазы и газообразного азота.

Улучшение качества поверхности азотированной стали, упрочненной фрикционной обработкой (устранение блистеринга и порообразования, уменьшение шероховатости), достигается снижением температуры плазменного азотирования от  $500$  до  $350\text{ }^\circ\text{C}$ .

*Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России по темам «Структура» № 01201463331 (проект № 15-9-12-45) и государственного задания ИМАШ УрО РАН по теме № 01201354598 при поддержке РФФИ, проект № 15-08-07947. Измерение микротвердости, электронная сканирующая микроскопия и профилометрия выполнены в ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН.*

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Rolinski E. Plasma-assisted nitriding and nitrocarburizing of steel and other ferrous alloys // *Thermochemical surface Engineering of steels: Improving Materials Performance*. USA: Woodhead Publ., 2014. P. 413–457.
- Гаврилов Н.В., Меньшаков А.И. Низкотемпературное азотирование нержавеющей аустенитной стали в плазме электронного пучка при 400°C // *Физика и химия обработки материалов*. 2012. № 5. С. 31–36.
- Макаров А.В., Гаврилов Н.В., Самойлова Г.В., Мамаев А.С., Осинцева А.Л., Саврай Р.А. Влияние непрерывного и газодиффузионного плазменного азотирования на качество наноструктурированной поверхности аустенитной нержавеющей стали // *Обработка металлов (Технология, оборудование, инструменты)*. 2017. № 2. С. 55–66.
- Sun Y., Bell T. Sliding wear characteristics of low temperature plasma nitride 316 austenitic stainless steel // *Wear*. 1998. Vol. 218. P. 34–42.
- Menthe E., Bulak A., Olfe J., Zimmermann A., Rie K.-T. Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding // *Surface and Coatings Technology*. 2000. Vol. 133–134. P. 259–263.
- Liang W. Surface modification of AISI 304 austenitic stainless steel by plasma nitriding // *Surface and Coatings Technology*. 2005. Vol. 195. P. 81–84.
- Xu X., Yu Z., Wang L., Qiang J., Hei Z. Phase depth distribution characteristics of the plasma nitrided layer on AISI 304 stainless steel // *Surface and Coatings Technology*. 2003. Vol. 162. P. 242–247.
- Xi Y. T., Liu D. X., Han D. Improvement of erosion and erosion-corrosion resistance of AISI420 stainless steel by low temperature plasma nitriding // *Applied Surface Science*. 2008. Vol. 254. № 18. P. 5953–5958.
- Gatey A.M., Hosmani S.S., Figueroa C.A., Arya S.B., Singh R.P. Role of surface mechanical attrition treatment and chemical etching on plasma nitriding behavior of AISI 304L steel // *Surface and Coatings Technology*. 2016. Vol. 304. P. 413–424.
- Lin Y., Lu J., Wang L., Xu T., Xue Q. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel // *Acta Materialia*. 2006. Vol. 54. № 20. P. 5599–5605.
- Laleh M., Kargar F., Velashjerdi M. Low-temperature nitriding of nanocrystalline stainless steel and its effect on improving wear and corrosion // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2013. Vol. 22. № 5. P. 1304–1310.
- Chemkhi M., Reira D., Roos A., Garnier C., Waltz L., Demangel C., Proust G. The effect of surface mechanical attrition treatment on low temperature plasma nitriding of an austenitic stainless steel // *Surface and Coatings Technology*. 2013. Vol. 221. P. 191–195.
- Jayalakshmi M., Huilgol P., Bhat B.R., Bhat K. U. Microstructural characterization of low temperature plasma-nitrided 316L stainless steel surface with prior severe shot peening // *Materials and Design*. 2016. Vol. 108. P. 448–454.
- Макаров А.В., Коршунов Л.Г. Повышение твердости и износостойкости закаленных лазером стальных поверхностей с помощью фрикционной обработки // *Трение и износ*. 2003. Т. 24. № 3. С. 301–306.
- Бараз В.Р., Картак Б.Р., Минеева О.Н. Особенности фрикционного упрочнения аустенитной стали с нестабильной фазой // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2010. № 10. С. 20–22.
- Бараз В.Р., Федоренко О.Н. Особенности фрикционной обработки сталей пружинного класса // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2015. № 11. С. 16–19.
- Макаров А.В., Соболева Н.Н., Саврай Р.А., Малыгина И.Ю. Повышение микромеханических свойств и износостойкости хромоникелевого лазерного покрытия финишной фрикционной обработкой // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2015. № 4. С. 60–67.
- Макаров А.В., Скорынина П.А., Осинцева А.Л., Юровских А.С., Саврай Р.А. Повышение трибологических свойств аустенитной стали 12Х18Н10Т наноструктурирующей фрикционной обработкой // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2015. № 4. С. 80–92.
- Макаров А.В., Скорынина П.А., Волкова Е.Г., Осинцева А.Л. Наноструктурирующие комбинированные фрикционно-термические обработки аустенитной стали 12Х18Н10Т // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2016. № 4. С. 30–37.
- Gleiter H. Nanocrystalline materials // *Progress in Materials Science*. 1989. Vol. 33. № 4. P. 223–315.
- Lu K. Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, structure, and properties // *Materials Science and Engineering R—Reports*. 1996. Vol. 16. № 4. P. 161–221.
- Tong W.P., Tao N.R., Wang Z.B., Lu J., Lu K. Nitriding iron at lower temperatures // *Science*. 2003. Vol. 299. № 5607. P. 686–688.
- Tong W.P., Liu C.Z., Wang W., Tao N.R., Wang Z.B., Zuo L., He J.C. Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer // *Scripta Materialia*. 2007. Vol. 57. № 6. P. 533–536.
- Balusamy T., Narayanan T.S.N. S., Ravichandran K., Park I.S., Lee M.H. Plasma nitriding of AISI 304 stainless steel: Role of surface mechanical attrition treatment // *Materials Characterization*. 2013. Vol. 85. P. 38–47.
- Borgioli F., Fossati A., Galvanetto E., Bacci T. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature // *Surface and Coatings Technology*. 2005. Vol. 200. P. 2474–2480.
- Stinville J.C., Villechaise P., Templier C., Riviere J., Drouet M. Plasma nitriding of 216L austenitic stainless steel: Experimental investigation of fatigue life and surface evolution // *Surface and Coatings Technology*. 2010. Vol. 204. P. 1947–1951.
- Кислицин С.Б., Верещак М.Ф., Манакова И.А., Озерной А.Н., Сапаев Д.А., Тулеушев Ю.Ж. Блистеринг и  $\alpha \leftrightarrow \gamma$ -превращения при отжиге стали 12Х18Н10Т, облученной низкоэнергетическими альфа-частицами // *Вопросы атомной науки и техники*. 2013. № 2. С. 17–22.



28. Kondo Y., Tanei H., Ushioda K., Maeda M., Abe Y. Effect of nitrogen on blister growth process during high temperature oxidation of steel // *ISIJ International*. 2012. Vol. 52. № 9. P. 1644–1648.
29. Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Шпис Г.–И., Бемер З. Теория и технология азотирования. М.: Metallurgiya, 1991. 320 с.
30. Белашова И.С., Шашков А.О. Кинетика роста диффузионного слоя при термогазоциклическом способе азотирования // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2012. № 6. С. 46–50.
- REFERENCES**
- Rolinski E. Plasma-assisted nitriding and nitrocarburizing of steel and other ferrous alloys. *Thermochemical surface Engineering of steels: Improving Materials Performance*. Woodhead Publ., 2014, pp. 413–457.
  - Gavriolov N.V., Menshakov A.I. Low temperature nitriding of stainless steel in electron beam plasma at 400°C. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2012, no. 5, pp. 31–36.
  - Makarov A.V., Gavrilov N.V., Samoylova G.V., Mamaev A.S., Osintseva A.L., Savray R.A. Effect of a continuous and gas-cyclic plasma nitriding on the quality of nanostructured austenitic stainless steel. *Obrabotka metallov (Tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2017, no. 2, pp. 55–66.
  - Sun Y., Bell T. Sliding wear characteristics of low temperature plasma nitride 316 austenitic stainless steel. *Wear*, 1998, vol. 218, pp. 34–42.
  - Menthe E., Bulak A., Olfé J., Zimmermann A., Rie K.-T. Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 2000, vol. 133–134, pp. 259–263.
  - Liang W. Surface modification of AISI 304 austenitic stainless steel by plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 195, pp. 81–84.
  - Xu X., Yu Z., Wang L., Qiang J., Hei Z. Phase depth distribution characteristics of the plasma nitrided layer on AISI 304 stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2003, vol. 162, pp. 242–247.
  - Xi Y. T., Liu D. X., Han D. Improvement of erosion and erosion-corrosion resistance of AISI420 stainless steel by low temperature plasma nitriding. *Applied Surface Science*, 2008, vol. 254, no. 18, pp. 5953–5958.
  - Gatey A.M., Hosmani S.S., Figueroa C.A., Arya S.B., Singh R.P. Role of surface mechanical attrition treatment and chemical etching on plasma nitriding behavior of AISI 304L steel. *Surface and Coatings Technology*, 2016, vol. 304, pp. 413–424.
  - Lin Y., Lu J., Wang L., Xu T., Xue Q. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel. *Acta Materialia*, 2006, vol. 54, no. 20, pp. 5599–5605.
  - Laleh M., Kargar F., Velashjerdi M. Low-temperature nitriding of nanocrystalline stainless steel and its effect on improving wear and corrosion. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2013, vol. 22, no. 5, pp. 1304–1310.
  - Chemkhi M., Retraint D., Roos A., Garnier C., Waltz L., Demangel C., Proust G. The effect of surface mechanical attrition treatment on low temperature plasma nitriding of an austenitic stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2013, vol. 221, pp. 191–195.
  - Jayalakshmi M., Huilgol P., Bhat B.R., Bhat K. U. Microstructural characterization of low temperature plasma-nitrided 316L stainless steel surface with prior severe shot peening. *Materials and Design*, 2016, vol. 108, pp. 448–454.
  - Makarov A.V., Korshunov L.G. Improving hardness and wear resistance of laser hardened steel surfaces friction treatment. *Friction and Wear*, 2003, vol. 24, no. 3, pp. 301–306.
  - Baraz V.P., Kartak B.P., Mineeva O.N. Special features of friction hardening of austenitic steel with unstable  $\gamma$ -phase. *Metal Science and Heat Treatment*, 2011, vol. 52, no. 9-10, pp. 473–475.
  - Baraz V.P., Fedorenko O.N. Special features of friction treatment of steels of the spring class. *Metal Science and Heat Treatment*, 2016, vol. 57, no. 11, pp. 652–655.
  - Makarov A.V., Soboleva N.N., Savray R.A., Malygina I.Yu. The improvement of micromechanical properties and wear resistance of chrome-nickel laser coating using the finishing friction treatment. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2015, no. 4, pp. 60–67.
  - Makarov A.V., Skorynina P.A., Osintseva A.L., Yurovskikh A.S., Savray R.A. Improving the tribological properties of austenitic 12Kh18N10T steel by nanostructuring frictional treatment. *Obrabotka metallov (Tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2015, no. 4, pp. 80–92.
  - Makarov A.V., Skorynina P.A., Volkova E.G., Osintseva A.L. Nanostructuring combined frictional-thermal treatment of 12KH18N10T austenitic steel. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2016, no. 4, pp. 30–37.
  - Gleiter H. Nanocrystalline materials. *Progress in Materials Science*, 1989, vol. 33, no. 4, pp. 223–315.
  - Lu K. Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: nanocrystallization, structure, and properties. *Materials Science and Engineering R–Reports*, 1996, vol. 16, no. 4, pp. 161–221.
  - Tong W.P., Tao N.R., Wang Z.B., Lu J., Lu K. Nitriding iron at lower temperatures. *Science*, 2003, vol. 299, no. 5607, pp. 686–688.
  - Tong W.P., Liu C.Z., Wang W., Tao N.R., Wang Z.B., Zuo L., He J.C. Gaseous nitriding of iron with a nanostructured surface layer. *Scripta Materialia*, 2007, vol. 57, no. 6, pp. 533–536.
  - Balusamy T., Narayanan T.S.N. S., Ravichandran K., Park I.S., Lee M.H. Plasma nitriding of AISI 304 stainless steel: Role of surface mechanical attrition treatment. *Materials Characterization*, 2013, vol. 85, pp. 38–47.
  - Borgioli F., Fossati A., Galvanetto E., Bacci T. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 200, pp. 2474–2480.
  - Stinville J.C., Villechaise P., Templier C., Riviere J., Drouet M. Plasma nitriding of 216L austenitic stainless steel: Experimental investigation of fatigue life and surface evolution. *Surface and Coatings Technology*, 2010, vol. 204, pp. 1947–1951.

27. Kislitsin S.B., Vereschak M.F., Manakova I.A., Ozernoy A.N., Satpaev D.A., Tuleushev Yu.Zh. Blistering and  $\alpha \leftrightarrow \gamma$  phase transition at annealing of stainless steel C12Cr18Ni10Ti irradiated by low energy alpha-particles. *Problems of atomic science and technology*, 2013, no. 2, pp. 17–22.
28. Kondo Y., Tanei H., Ushioda K., Maeda M., Abe Y. Effect of nitrogen on blister growth process during high temperature oxidation of steel. *ISIJ International*, 2012, vol. 52, no. 9, pp. 1644–1648.
29. Lakhtin Yu.M., Kogan Ya.D., Shpis G.-I., Bemer Z. *Teoriya i tekhnologiya azotirovaniya* [Theory and technology of nitriding]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1991. 320 p.
30. Belashova I.S., Shashkov A.O. Kinetics of growth of diffusion layer in nitriding by the thermogasocyclic method. *Metal science and heat treatment*, 2012, vol. 54, no. 5-6, pp. 315-319.

### THE INFLUENCE OF PRELIMINARY DEFORMATION TREATMENT ON THE HARDENING AND QUALITY OF THE NITRIDED SURFACE OF AUSTENITE STAINLESS STEEL

© 2017

**A.V. Makarov**, Doctor of Sciences (Engineering),

Head of Department of Materials Science and Laboratory of Mechanical Properties

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*  
*Institute of Engineering Science, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**G.V. Samoylova**, postgraduate student,

*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**A.S. Mamaev**, PhD (Engineering), researcher

*Institute of Electrophysics, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**A.L. Osintseva**, PhD (Engineering), senior researcher

**R.A. Savray**, PhD (Engineering), Head of Laboratory of Constructional Material Science

*Institute of Engineering Science, Ural Branch, Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**Keywords:** austenitic stainless steel; frictional treatment; strain-induced martensite; electron beam; plasma; microhardness; roughness.

**Abstract:** The searching for the effective methods of hardening (when retaining the high surface quality) of austenitic chromium-nickel steels, which are thermally nonhardenable and liable to adhesion structural materials, is relevant. In this paper, using the methods of electronic scanning microscopy, optical profilometry and microdurometry, the authors studied the influence of combined treatment including the nanostructuring frictional treatment by applying the sliding synthetic diamond indenter in conjunction with the nitrogen hardening in the electron beam plasma at the temperatures between 300 and 500 °C, on the hardening, quality and roughness of AISI 321 metastable austenitic steel surface. To compare, the plasma nitrogen hardening of undeformed coarse-crystalline steel was studied. The preliminary steel surface nanostructuring by frictional treatment and further nitrogen hardening at the temperature of  $T_N=350^\circ\text{C}$  increase significantly the depth of hardened layer. This temperature is the minimum temperature of effective nitrogen hardening both of the deformation-nanostructured and the coarse-crystalline steel. The preliminary deformation treatment hinders the strong growth of roughness and prevents the surface quality deterioration during nitrogen hardening due to the inhibition of nitride phases precipitation on the grains and subgrains boundaries that lead to the “swelling” of the undeformed steel surface. However, the nitrogen hardening at the temperature of  $T_N=500^\circ\text{C}$  causes the intense blistering and pore formation on the steel surface previously processed by friction treatment. It is associated with the emergence of the increased amount of  $\epsilon$ -phase and gaseous nitrogen in the diffusion active nanostructured surface layer after the nitrogen hardening. The reduction of nitriding temperature from 500 to 350 °C promotes the elimination of blistering and pore formation, and, as a result, the reduction of roughness (up to  $R_a=0.1\ \mu\text{m}$ ) and the quality improvement of nitride steel surface prehardened by friction treatment.

## ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА НАВОДОРОЖИВАНИЯ НА ДЕФОРМАЦИОННОЕ УПРОЧНЕНИЕ И РАЗРУШЕНИЕ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ СТАЛИ

© 2017

*В.А. Москвина*, магистрант, инженер

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск (Россия)*

*Е.Г. Астафурова*, доктор физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник

*Г.Г. Майер*, кандидат физико-математических наук, младший научный сотрудник

*Е.В. Мельников*, младший научный сотрудник

*Н.К. Гальченко*, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

*Институт физики прочности и материаловедения*

*Сибирского отделения Российской академии наук, Томск (Россия)*

**Ключевые слова:** аустенитная сталь; водород; наводороживание; насыщение водородом; водородное охрупчивание; деформационное упрочнение; механические свойства; разрушение.

**Аннотация:** Аустенитные высокоазотистые стали имеют перспективу широкого применения в качестве конструкционных материалов, в том числе в водородной энергетике. Высокоазотистые нержавеющие стали обладают повышенными прочностными свойствами, запасом пластичности, а также являются устойчивыми к локализованной коррозии. Несмотря на возрастающий интерес исследователей к проблемам водородного охрупчивания материалов, малоизученной областью является совместное воздействие водорода и азота на свойства аустенитных сталей. В данной работе было исследовано влияние режима электролитического насыщения водородом (продолжительностью до 43 ч) на деформационное упрочнение и механизмы деформации и разрушения при одноосном растяжении высокоазотистой нержавеющей стали Fe-17Cr-24Mn-1,3V-0,2C-0,8N. Установлено, что насыщение водородом слабо влияет на стадийность кривых течения и значения предела прочности, при этом способствует слабому снижению предела текучести и существенному уменьшению удлинения до разрушения в стали. При этом даже после 43 ч наводороживания сталь по-прежнему имеет хороший запас пластичности ( $\delta=11\%$ ) и высокие прочностные свойства ( $\sigma_{0,2}=1190$  МПа). Характер разрушения аустенитной стали в исходном состоянии и после насыщения водородом по разным режимам – вязкий транскристаллитный излом. На поверхности образцов высокоазотистой стали в результате наводороживания образуется хрупкий слой толщиной 3–5 мкм, который разрушается по механизму квазискола и обеспечивает интенсивное растрескивание боковых поверхностей образцов при деформации. После электролитического насыщения водородом продолжительностью 37 и 43 ч одним из основных механизмов деформации исследуемой стали при растяжении, наряду со скольжением, выступает механическое двойникование. Наводороживание способствует усилению вклада в деформацию от механического двойникования, сопровождается микролокализацией сдвига и активизацией  $\gamma \rightarrow \epsilon$  мартенситного превращения.

### ВВЕДЕНИЕ

На сегодняшний день одной из актуальных проблем ресурсосберегающих технологий, в частности в области развития водородной энергетике, является предотвращение преждевременного разрушения материалов, работающих в водородосодержащей среде. Стабильные к  $\gamma \rightarrow \alpha$  деформационному переходу аустенитные нержавеющие стали используются в качестве основного материала для конструкций, работающих в условиях воздействия водорода, по причине их высокой стойкости к водородному охрупчиванию по сравнению с метастабильными аустенитными или ферритными сталями [1–4]. Объемное и поверхностное легирование сталей водородом приводит к изменениям параметров кристаллической решетки сплава, его электрохимических и механических свойств. Наиболее характерным эффектом влияния водорода на свойства сталей является снижение пластичности и водородное охрупчивание [1–4].

Аустенитные стали с высокой концентрацией азота обладают уникальным комплексом прочностных свойств, которые зависят от химического состава стали (концентрации азота и элементов замещения в твердом растворе), фазового состава (аустенит, феррит, частицы) и фазовой стабильности при пластической деформации (наведенные деформацией  $\gamma \rightarrow \alpha$ ,  $\gamma \rightarrow \alpha'$  мартенситные превращения), размера зерна [5–7]. Вследствие большого

количества фазовых и структурных состояний, возможных для высокоазотистых сталей, вопрос воздействия водорода на их свойства является открытым, и на сегодняшний день опубликовано относительно мало работ о влиянии водорода на деформационное поведение высокоазотистых сталей [1; 8; 9]. В работе [10] М. Uhlemann и коллеги установили, что эффект водородного охрупчивания наиболее характерен для сталей с повышенным содержанием атомов внедрения 18Cr-18Mn-0,57N и 33Cr-30Ni-Mo-0,38N, в то время как стали 27Cr-31Ni-Mo и 19Cr-25Ni-Mo с меньшим содержанием азота (0,199N и 0,192N мас. % соответственно) оказались более устойчивыми к водородному охрупчиванию. Авторами работы [11] обнаружено, что аустенитные азотосодержащие стали 21Cr-6Ni-9Mn-0,23N и 22Cr-13Ni-5Mn-2Mo-0,35N могут в перспективе заменить традиционные нержавеющие стали 300 серии, которые используются для изготовления сосудов высокого давления для хранения водорода. В работе [12] в то же время показано, что 18Cr-18Mn-0,7N и 18Cr-6Mn-8Ni-0,25N азотистые аустенитные стали и Cr-Ni стали, не содержащие высокой концентрации атомов внедрения, имеют одинаковый характер разрушения, и легирование атомами Mn и N не способно заменить дорогостоящий Ni в стабильных аустенитных сталях, устойчивых к водородному охрупчиванию. Таким образом, в современной литературе

существует ограниченная и весьма противоречивая информация о совместном воздействии водорода и азота на свойства аустенитных азотистых сталей.

Цель работы – установление влияния продолжительности электрохимического наводороживания на механические характеристики, деформационное поведение, механизмы деформации и разрушения высокоазотистой аустенитной ванадийсодержащей стали Fe-17Cr-24Mn-1,3V-0,2C-0,8N при одноосном растяжении.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе исследовали высокоазотистую аустенитную хромомарганцевую сталь (ВАС) Fe-17Cr-24Mn-1,3V-0,2C-0,8N. Исходные заготовки с размерами 10×10 мм подвергали горячей прокатке при 1150 °С в листы толщиной 1 мм с последующим охлаждением на воздухе.

Для деформации одноосным растяжением из полученных листов вырезали образцы в форме двойных лопаток с размерами рабочей части 1×2,5×18 мм. Образцы подвергали механическому шлифованию и электролитическому полированию в растворе 50 г CrO<sub>3</sub> в 200 мл H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> при комнатной температуре.

Электролитическое насыщение стальных образцов водородом осуществляли в 3 %-ном водном растворе NaCl с добавлением NH<sub>4</sub>SCN при комнатной температуре, плотности тока 10 мА/см<sup>2</sup> и продолжительности наводороживания 5, 10, 15, 37 и 43 ч.

Механические испытания стальных заготовок проводили методом одноосного растяжения при комнатной температуре с начальной скоростью деформации 4,6×10<sup>-4</sup> с<sup>-1</sup> с использованием испытательной машины LFM-125 (Walter+Bai AG). Для каждого состояния проводили измерения не менее чем на пяти образцах.

Электронно-микроскопические исследования были выполнены на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) Jeol 2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы в виде фольг были получены электрополированием в растворе 95 % CH<sub>3</sub>COOH+5 % H<sub>3</sub>ClO<sub>4</sub>. Скалярную плотность дислокаций определяли методом, описанным в [13].

Рентгеноструктурный (РСА) и рентгенофазовый (РФА) анализ проводили с использованием дифрактометра DRON-7 в Co-Kα излучении. Для оценки параметров

микроструктуры использовали световой микроскоп Altami MET 1С. Поверхность деформированных образцов и механизм разрушения изучали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) (LEO EVO 50, Zeiss). Магнитные свойства стали оценивали при комнатной температуре магнитометром Н-04.

Коэффициент водородного охрупчивания, характеризующий изменение значения удлинения до разрушения после наводороживания, рассчитывали по формуле

$$k_H = [(\delta_0 - \delta_H) / \delta_0] \times 100 \%,$$

где  $\delta_0$  и  $\delta_H$  – значения удлинения до разрушения для образцов без водорода и после наводороживания соответственно.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

По данным РСА и РФА после горячей прокатки образцы высокоазотистой стали имели аустенитную структуру с параметром решетки  $a=0,363$  нм. На рис. 1 а приведено изображение зеренной структуры стали.

Средний размер зерна аустенита, определенный по металлографическим изображениям (см. рис. 1 а), составляет 14,0±0,5 мкм. Согласно анализу ПЭМ-изображений исходная структура стали содержит высокую плотность дислокаций 3×10<sup>14</sup> м<sup>-2</sup> и крупные частицы (V,Cr)(N,C) диаметром 0,2–0,4 мкм (см. рис. 1 а, 1 б). Поскольку рентгенофазовый анализ свидетельствует о наличии только аустенитной фазы, объемная доля частиц (V,Cr)(N,C) не превышает 5 %. Методами РФА и магнитофазового анализа ферритной фазы в исходной структуре стали не выявлено.

На рис. 2 а, 2 б приведены инженерные (а) и истинные (б) кривые течения для образцов стали в исходном состоянии и после насыщения водородом. Зависимости механических свойств стали от продолжительности наводороживания представлены на рис. 2 в, 2 г.

Анализ кривых течения свидетельствует о том, что в исходном состоянии предел текучести стали составляет  $\sigma_{0,2}=1270$  МПа, предел прочности –  $\sigma_B=1370$  МПа, при удлинении  $\delta=17$  %. Стадийность пластического течения и прочностные свойства высокоазотистой стали изменяются

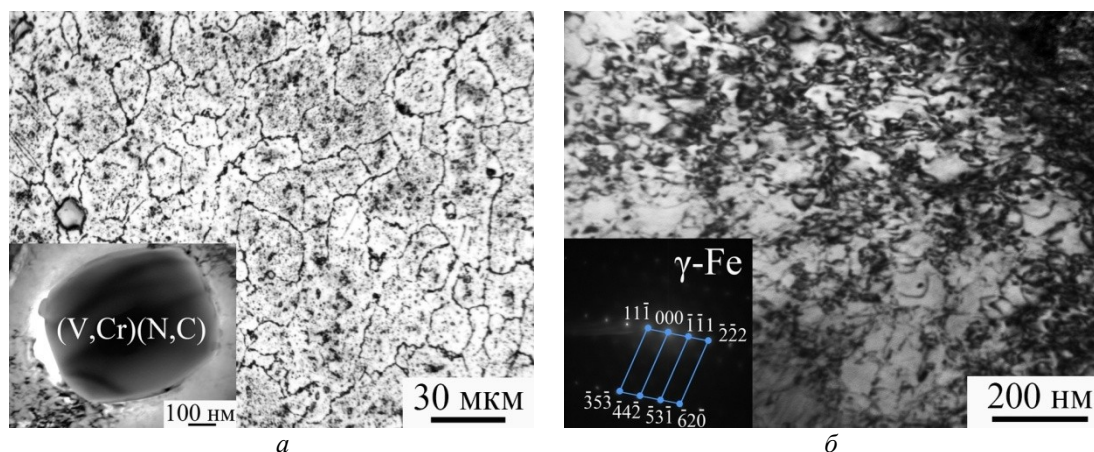
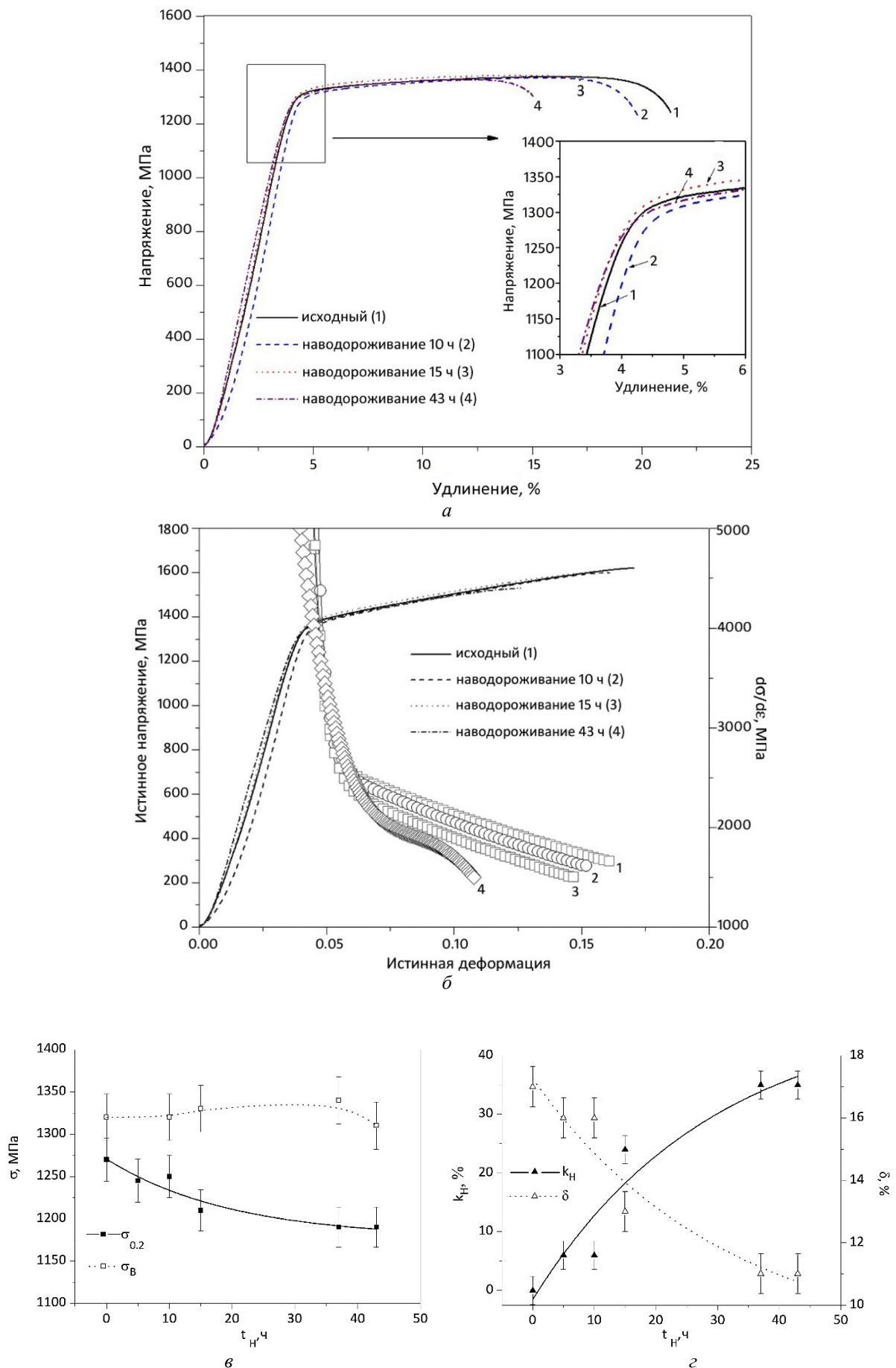


Рис. 1. Изображение протравленной поверхности образца, полученное методом световой микроскопии (а), светлопольные ПЭМ изображения (вклейка на а, б) и микродифракционная картина к (б) для высокоазотистой стали после горячей прокатки



**Рис. 2.** Инженерные (а) и истинные (б) кривые течения и зависимости  $d\sigma/d\varepsilon$  от истинной деформации (б), зависимости механических свойств (в, з) стали Fe-17Cr-24Mn-1,3V-0,2C-0,8N от продолжительности наводороживания

несущественно при электролитическом насыщении водородом в течение 5, 10, 15, 37 и 43 ч (см. рис. 2 а, 2 б).

Согласно анализу зависимости изменения механических свойств от продолжительности насыщения водородом значения величин предела текучести  $\sigma_{0,2}$ , предела прочности  $\sigma_B$  и удлинения до разрушения  $\delta$  имеют тенденцию к уменьшению с увеличением продолжительности наводороживания (рис. 2 в, 2 г). Наиболее ярко этот эффект проявляется после насыщения водородом в течение 37 и 43 ч. Тенденция к уменьшению прочностных характеристик ( $\sigma_{0,2}$  и  $\sigma_B$ ) в образцах стали Fe-17Cr-24Mn-1,3V-0,2C-0,8N после наводороживания свидетельствует о том, что водород не способствует твердорастворному упрочнению аустенита, как это наблюдалось в работе [14] для низколегированных сталей 310 серии и метастабильных углеродистых и азотистых сталей [1]. Напротив, насыщение водородом способствует небольшому снижению предела текучести стали (рис. 2 в) вследствие способности водорода облегчать движение дислокаций и способствовать развитию планарного скольжения, как было показано авторами для аустенитной нержавеющей стали в работах [15; 16].

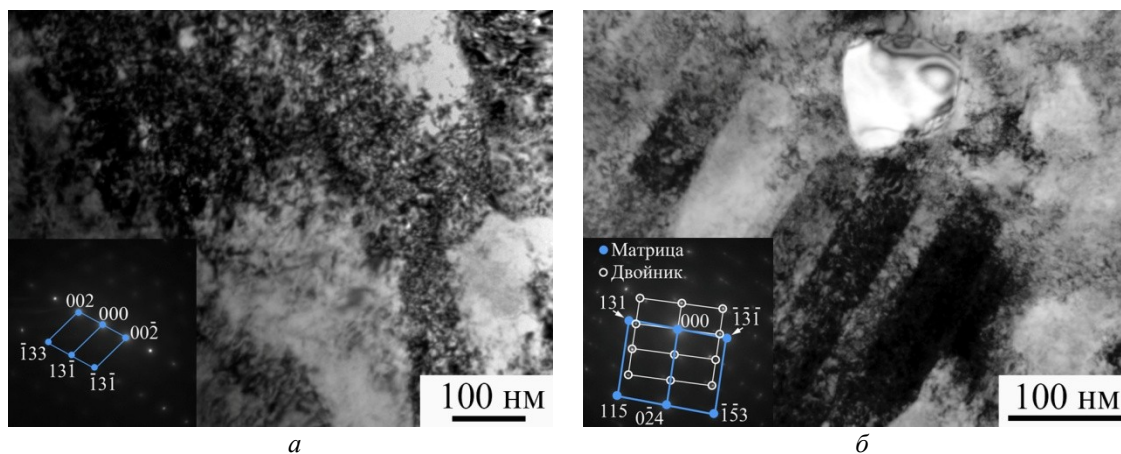
Насыщение водородом в течение 5 и 10 ч оказывает незначительное влияние на изменение значения удлинения стали (рис. 2 г), однако увеличение продолжительности насыщения до 15–43 ч приводит к относительно высоким потерям пластичности, и  $k_H$  составляет 24 и 35 % соответственно (см. рис. 2 г). Несмотря на то, что относительное удлинение стали уменьшается после 37 и 43 ч наводороживания, его значение остается довольно высоким (11 %).

Зависимости коэффициента деформационного упрочнения  $d\sigma/d\varepsilon$  от  $\varepsilon$  для исходного состояния и после насыщения водородом (10, 15 и 43 ч) приведены на рис. 2 б. Пластическая деформация исходного образца сопровождается уменьшением коэффициента деформационного упрочнения, локализацией деформации и образованием шейки при  $d\sigma/d\varepsilon \sim \sigma$  (см. рис. 2 б), в соответствии с выполнением условия Бэкофена – Консидера о нестабильности пластического течения [17]. После наводороживания продолжительностью до 15 ч зависимости  $d\sigma/d\varepsilon(\varepsilon)$  имеют характер, близкий к образцам, деформированным без наводороживания. Незначительное уменьше-

ние скорости деформационного упрочнения при насыщении образцов водородом в течение 5–15 ч, вероятно, связано с облегчением движения дислокаций и усилением склонности сталей к планарному скольжению при насыщении водородом, как это показано в работах [9; 16]. Наводороживание продолжительностью до 37 и 43 ч способствует увеличению скорости деформационного упрочнения на ранних степенях пластической деформации, но она быстрее уменьшается с деформацией по сравнению с другими образцами с водородом и без него (см. рис. 2 б).

Анализ изображений, полученных методом просвечивающей электронной микроскопии (рис. 3), свидетельствует о наличии высокой плотности однородно распределенных дислокаций ( $\rho=3 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ ) в стали после горячей прокатки (см. рис. 1 а). При деформации одноосным растяжением ненаводороженных (исходных) образцов происходит образование двойников деформации, накопление дислокаций и увеличение их плотности (см. рис. 3 а).

Дислокационная структура деформированной без водорода стали – однородная с тенденцией к формированию ячеек и стенок с высокой плотностью дислокаций. Величину плотности дислокаций сложно определить по ПЭМ-изображениям, но по оценкам она составляет  $\rho \sim 10^{15} \text{ м}^{-2}$  (см. рис. 3 а). Помимо высокой плотности дислокаций в структуре стали после деформации наблюдали небольшую долю механических двойников шириной  $\approx 30\text{--}80 \text{ нм}$ . Высокоазотистые стали склонны к развитию механического двойникового из-за способности азота понижать энергию дефекта упаковки сталей и одновременно повышать их прочность. Таким образом, критические скалывающие напряжения для двойникового в таких сталях достигаются при комнатной температуре при небольшой степени деформации [7; 18]. Дислокационная структура после наводороживания стали до 37 и 43 ч и растяжения имеет аналогичные особенности со структурой, деформированной растяжением без водорода. Наводороживание способствует усилению вклада от механического двойникового, оно преобладает в структуре стали, насыщенной водородом в течение 37 и 43 ч (см. рис. 3 б), сопровождается микролокализацией пластической деформации,



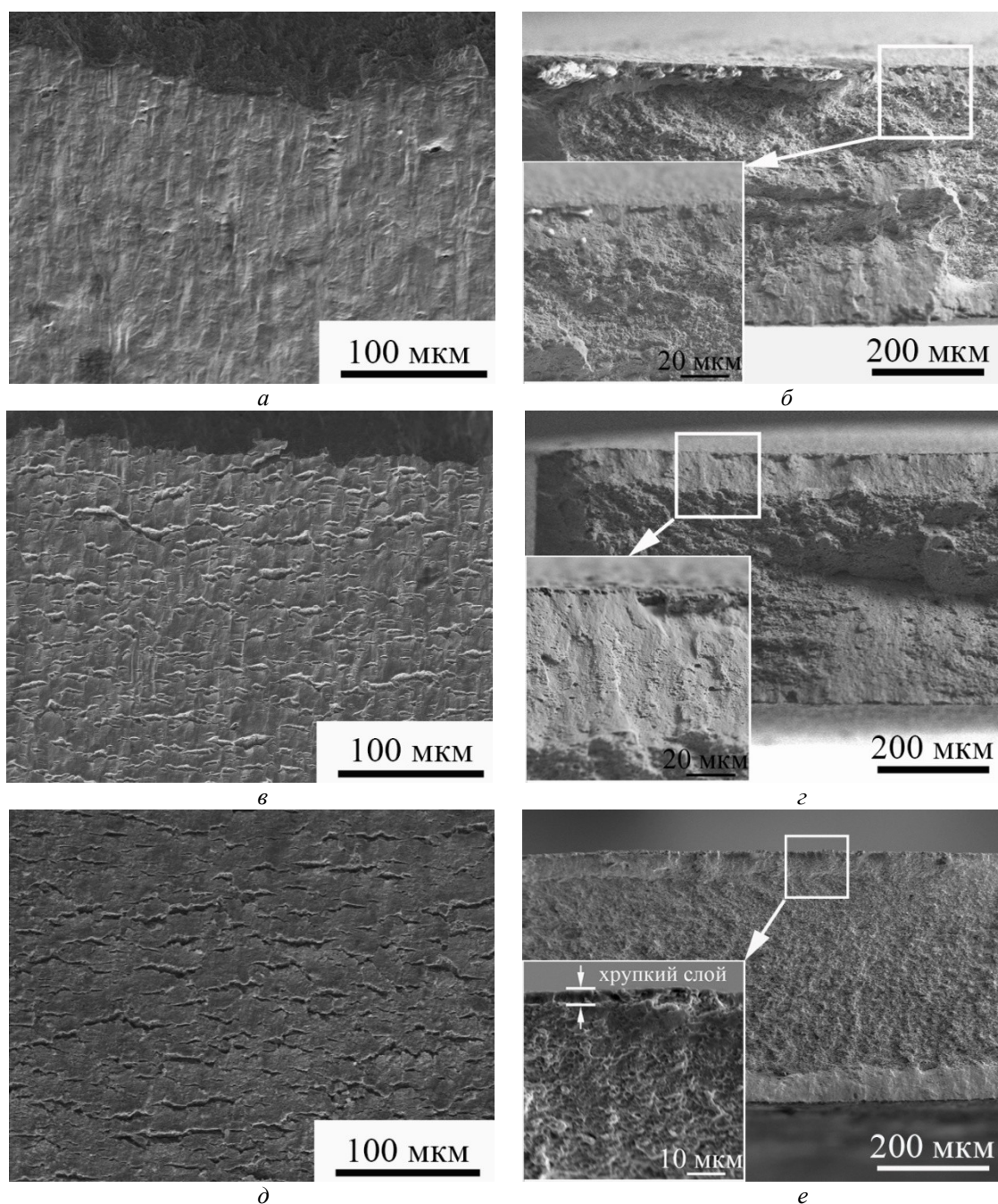
**Рис. 3.** Светлопольные ПЭМ-изображения структуры и микродифракционные картины (вклейки на а, б) для высокоазотистой стали после деформации растяжением образцов без водорода (а), после насыщения водородом в течение 37 ч (б)

а также  $\gamma \rightarrow \epsilon$  мартенситным превращением. Такое поведение связано, с одной стороны, с уменьшением энергии дефекта упаковки аустенита при легировании сталей водородом [17], а с другой стороны, с «экранированием» дислокаций атомами водорода и усилением их подвижности [19].

На рис. 4 приведены СЭМ-изображения боковых поверхностей и изломов для исходного образца (рис. 4 а, 4 б) и образцов после насыщения водородом до 10 и 37 ч (рис. 4 в, 4 г, 4 д, 4 е).

Характер излома в исходном состоянии – ямочный транскристаллитный. В результате насыщения водородом в течение 5, 10, 15, 37 и 43 ч на поверхности образцов высокоазотистой стали образуется хрупкий слой, толщина этого хрупкого слоя возрастает с увеличением

продолжительности насыщения водородом. Тонкий поверхностный слой ( $\approx 3\text{--}5$  мкм) разрушается по механизму «квазискола» внутри зерен, а расположенная под ним приповерхностная зона и центральная часть образцов характеризуется вязким транскристаллитным изломом. Большое количество вытянутых (удлиненных) ямок и вторичных трещин свидетельствует о преобладании одной системы скольжения или локализации скольжения в приповерхностной зоне. Внутренняя часть образцов разрушается вязко, аналогично исходному состоянию. После насыщения водородом на боковых поверхностях образцов вблизи зоны разрушения наблюдали многочисленные трещины, расположенные перпендикулярно оси растяжения, которые появились в результате растрескивания поверхностного наводороженного



**Рис. 4.** СЭМ-изображения боковых поверхностей и изломов исходного образца (а, б) и образцов стали после насыщения водородом (в–е): в, г – в течение 10 ч; д, е – в течение 37 ч

слоя (см. рис. 4 в, 4 д). Таким образом, СЭМ-исследования свидетельствуют о преимущественно вязком разрушении исходных и наводороженных образцов высокоазотистой стали (за исключением тонкого поверхностного слоя). Подобные результаты были получены для сталей Fe-17,7Cr-14,7Mn-0,35N-0,17C [9] и 21Cr-6Ni-9Mn-0,23N и 22Cr-13Ni-5Mn-2Mo-0,35N [10], которые также после наводороживания сохраняли вязкий характер разрушения.

Изменение характера разрушения и снижение пластичности стали после воздействия водорода может быть вызвано различными факторами – наведенными деформацией фазовыми превращениями [2], микроструктурными изменениями (двойникование, увеличение плотности дислокаций, микролокализация пластической деформации и локализация скольжения и т. д.) [16; 20], наличием частиц [12] и границ зерен [21–23]. Авторы в работе [11] обнаружили, что нитриды хрома в высокоазотистых сталях способны поглощать и накапливать небольшое количество водорода по сравнению с объемным насыщением зерен. Анализ электронно-микроскопических изображений свидетельствует в пользу того, что частицы (V,Cr)(N,C) не деформируются при растяжении образцов как с водородом, так и без него. Их вклад в процессы охрупчивания при легировании водородом можем считать второстепенным. Магнитофазовый анализ образцов стали после насыщения водородом и деформации одноосным растяжением свидетельствует о том, что  $\gamma \rightarrow \alpha'$  деформационное фазовое превращение в исследуемой стали не реализуется, т. е. фазовые превращения и частицы являются менее вероятными факторами, влияющими на наблюдаемое водородное охрупчивание стали Fe-17Cr-24Mn-1,3V-0,2C-0,8N.

Вследствие того, что сталь после горячей прокатки обладала высокой плотностью дислокаций, водород, по видимому, имел тенденцию накапливаться вблизи дислокаций, а не на границах зерен. Многочисленные поверхностные трещины являются результатом растрескивания тонкого, охрупченного водородом слоя (зона диффузионного влияния водорода при электролитическом насыщении). Поверхностные трещины являются концентраторами напряжений и оказывают влияние на характер разрушения приповерхностного, насыщенного водородом слоя в образце (зона, насыщенная водородом при растяжении за счет переноса атомов водорода на дефектах кристаллического строения и диффузии под напряжением). Авторы работы [9] предположили, что возможной причиной изменения характера разрушения поверхностного слоя для стали Fe-17,7Cr-14,7Mn-0,35N является увеличение планарности скольжения вследствие того, что водород способствует понижению энергии дефекта упаковки и подавлению поперечного скольжения или возникновению HELP-эффекта [20]. В нашем случае охрупчивание также может быть связано с активацией механического двойникования при легировании стали водородом.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Насыщение водородом в течение 5–43 ч способствует слабому снижению предела текучести, мало влияет на значения предела прочности и приводит к значительному снижению удлинения до разрушения высокоазотистой аустенитной стали Fe-17Cr-24Mn-1,3V-0,2C-0,8N.

При этом сталь после 43 ч наводороживания по-прежнему обладает достаточно высокими пластичностью и прочностными свойствами.

Стадийность кривых течения высокоазотистой стали слабо изменяется при наводороживании. При этом коэффициент деформационного упрочнения незначительно уменьшается при насыщении водородом до 15 ч, а насыщение водородом в течение 37–43 ч приводит к его увеличению на ранних степенях деформации и быстрому спаду с увеличением деформации.

Характер разрушения центральной части образцов практически не зависит от режима насыщения водородом стали Fe-17Cr-24Mn-1,3V-0,2C-0,8N и характеризуется транскристаллитным вязким изломом с большим количеством ямок как для исходных, так и для насыщенных водородом по разным режимам образцов. Водород способствует образованию на поверхности высокоазотистой стали хрупкого слоя толщиной до 5 мкм, который разрушается по механизму «квасискола» и обеспечивает интенсивное растрескивание боковых поверхностей образцов при деформации.

Насыщение водородом влияет на механизмы деформации стали. В исходном состоянии после одноосного растяжения в структуре стали преобладает дислокационный механизм пластической деформации. Основным механизмом деформации высокоазотистой стали после насыщения водородом до 37 и 43 ч является механическое двойникование, которое преобладает в структуре стали и сопровождается микролокализацией пластической деформации, а также  $\gamma \rightarrow \epsilon$  мартенситным превращением.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Российской государственной научной программы «Исследования и разработки с использованием передовых технологий» (проект № 17-19-01197). Исследования проведены с использованием оборудования центра коллективного пользования «Нанотех» ИФПМ СО РАН.*

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Phaniraj M.P., Kim H.J., Suh J.Y., Shim J.H., Park S.J., Lee T.H. Hydrogen embrittlement in high interstitial alloyed 18Cr–10Mn austenitic stainless steels // International Journal of Hydrogen Energy. 2015. Vol. 40. № 39. P. 13635–13642.
2. Rozenak P. Effect of nitrogen on hydrogen embrittlement in AISI type 316, 321 and 347 austenitic stainless steels // Journal of Materials Science. 1990. Vol. 25. P. 2532–2538.
3. Zhang L., Li Z.Y., Zheng J.Y., Zhao Y., Xu P., Zhou C., Li X. Effect of strain-induced martensite on hydrogen embrittlement of austenitic stainless steels investigated by combined tension and hydrogen release methods // International Journal of Hydrogen Energy. 2013. Vol. 38. № 19. P. 8208–8214.
4. Eliezer D., Chakrapani D.G., Altstetter C.J., Pugh E.N. Influence of austenite stability on the hydrogen embrittlement and stress-corrosion cracking of stainless steel // Metallurgical Transactions A. 1979. Vol. 10. № 7. P. 935–941.
5. Gavriljuk V.G., Berns H. High Interstitial Stainless Austenitic Steels. Berlin: Springer Verlag Publ., 2013. 170 p.



6. Bannykh O.A., Blinov V.M., Kostina M.V. Structure and properties of low-alloy high-nitrogen martensitic steels // *Metal Science and Heat Treatment*. 2003. Vol. 12. № 1-2. P. 43–48.
7. Gavriljuk V.G., Berns H. High nitrogen steel. Berlin: Springer Verlag Publ., 1999. 379 p.
8. Shehata M.F., Schwarz S., Engelmann H.J., Uhle-mann M. Influence of hydrogen on mechanical properties of nitrogen supersaturated austenitic stainless steel // *Materials Science Technology*. 1997. Vol. 13. № 12. P. 1016–1022.
9. Igata N., Fujida T., Yumoto H. Decrease of ductility due to hydrogen in Fe-Cr-Mn austenitic steel // *Journal of Nuclear Materials*. 1991. Vol. 179–181. № Part 1. P. 656–658.
10. Uhlemann M., Chatterjee U.K., Ningshen S., Klauss H.J., Schneider F. Studies on hydrogen embrittlement of nitrogen containing austenitic alloys // *Materials Science and Technology*. 2002. Vol. 18. № 10. P. 1179–1187.
11. San Marchi C., Balch D.K., Nibur K., Somerday B.P. Effect of high-pressure hydrogen gas on fracture of austenitic steels // *Journal of Pressure Vessel Technology, Transactions of the ASME*. 2008. Vol. 130. № 4. P. 0414011–0414019.
12. Michler T., Naumann J. Hydrogen embrittlement of Cr-Mn-N-austenitic stainless steels // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2010. Vol. 35. № 3. P. 1485–1492.
13. Williams D.B., Carter C.B. *Transmission Electron Microscopy*. USA: Springer, 2009. 832 p.
14. Abracham D.P., Altstetter C.J. The effect of hydrogen on the yield and flow stress of an austenitic stainless steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1995. Vol. 26. № 11. P. 2849–2858.
15. Abracham D.P., Altstetter C.J. Hydrogen-enhanced localization of plasticity in an austenitic stainless steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1995. Vol. 26. № 11. P. 2859–2871.
16. Gavriljuk V.G., Shivanyuk V.N., Shanina B.D. Change in the electron structure caused by C, N and H atoms in iron and its effect on their interaction with dislocation // *Acta Materialia*. 2005. Vol. 53. № 19. P. 5017–5024.
17. Бэкоффен В. Процессы деформации. М.: Металлургия, 1977. 288 с.
18. Chumlyakov Yu.I., Kireeva I.V., Korotaev A.D., Litvinova E.I., Zuev Yu.L. Mechanisms of plastic deformation, hardening, and fracture in single crystals of nitrogen containing austenitic stainless steels // *Russian Physics Journal*. 1996. Vol. 39. № 3. P. 189–210.
19. Robertson I.M. The effect of hydrogen on dislocation dynamics // *Engineering Fracture Mechanics*. 2001. Vol. 68. № 6. P. 671–92.
20. Birnbaum H.K., Sofronis P. Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture // *Materials Science and Engineering A*. 1994. Vol. 176. № 1-2. P. 191–202.
21. Park I.J., Lee S.M., Jeon H.H., Lee Y.-K. The advantage of grain refinement in the hydrogen embrittlement of Fe-18Mn-0.6C twinning-induced plasticity steel // *Corrosion Science*. 2015. Vol. 93. P. 63–69.
22. Zan N., Ding H., Guo X.F., Tang Z., Bleck W. Effects of grain size on hydrogen embrittlement in a Fe-22Mn-0.6C TWIP steel // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2015. Vol. 40. № 33. P. 10687–10696.
23. Mine Y., Tachibana K., Horita Z. Effect of high-pressure torsion processing and annealing on hydrogen embrittlement of type 304 metastable austenitic stainless steel // *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 2010. Vol. 41. № 12. P. 3110–3120.

#### REFERENCES

1. Phaniraj M.P., Kim H.J., Suh J.Y., Shim J.H., Park S.J., Lee T.H. Hydrogen embrittlement in high interstitial alloyed 18Cr–10Mn austenitic stainless steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2015, vol. 40, no. 39, pp. 13635–13642.
2. Rozenak P. Effect of nitrogen on hydrogen embrittlement in AISI type 316, 321 and 347 austenitic stainless steels. *Journal of Materials Science*, 1990, vol. 25, pp. 2532–2538.
3. Zhang L., Li Z.Y., Zheng J.Y., Zhao Y., Xu P., Zhou C., Li X. Effect of strain-induced martensite on hydrogen embrittlement of austenitic stainless steels investigated by combined tension and hydrogen release methods. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2013, vol. 38, no. 19, pp. 8208–8214.
4. Eliezer D., Chakrapani D.G., Altstetter C.J., Pugh E.N. Influence of austenite stability on the hydrogen embrittlement and stress-corrosion cracking of stainless-steel. *Metallurgical Transactions A*, 1979, vol. 10, no. 7, pp. 935–941.
5. Gavriljuk V.G., Berns H. *High Interstitial Stainless Austenitic Steels*. Berlin, Springer Verlag Publ., 2013. 170 p.
6. Bannykh O.A., Blinov V.M., Kostina M.V. Structure and properties of low-alloy high-nitrogen martensitic steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 2003, vol. 12, no. 1-2, pp. 43–48.
7. Gavriljuk V.G., Berns H. *High nitrogen steel*. Berlin, Springer Verlag Publ., 1999. 379 p.
8. Shehata M.F., Schwarz S., Engelmann H.J., Uhle-mann M. Influence of hydrogen on mechanical properties of nitrogen supersaturated austenitic stainless steel. *Materials Science Technology*, 1997, vol. 13, no. 12, pp. 1016–1022.
9. Igata N., Fujida T., Yumoto H. Decrease of ductility due to hydrogen in Fe-Cr-Mn austenitic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 1991, vol. 179–181, no. Part 1, pp. 656–658.
10. Uhlemann M., Chatterjee U.K., Ningshen S., Klauss H.J., Schneider F. Studies on hydrogen embrittlement of nitrogen containing austenitic alloys. *Materials Science and Technology*, 2002, vol. 18, no. 10, pp. 1179–1187.
11. San Marchi C., Balch D.K., Nibur K., Somerday B.P. Effect of high-pressure hydrogen gas on fracture of austenitic steels. *Journal of Pressure Vessel Technology, Transactions of the ASME*, 2008, vol. 130, no. 4, pp. 0414011–0414019.
12. Michler T., Naumann J. Hydrogen embrittlement of Cr-Mn-N-austenitic stainless steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2010, vol. 35, no. 3, pp. 1485–1492.
13. Williams D.B., Carter C.B. *Transmission Electron Microscopy*. USA, Springer, 2009. 832 p.
14. Abracham D.P., Altstetter C.J. The effect of hydrogen on the yield and flow stress of an austenitic stainless

- steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1995, vol. 26, no. 11, pp. 2849–2858.
15. Abracham D.P., Altstetter C.J. Hydrogen-enhanced localization of plasticity in an austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1995, vol. 26, no. 11, pp. 2859–2871.
  16. Gavrilyuk V.G., Shivanyuk V.N., Shanina B.D. Change in the electron structure caused by C, N and H atoms in iron and its effect on their interaction with dislocation. *Acta Materialia*, 2005, vol. 53, no. 19, pp. 5017–5024.
  17. Backofen W.A. *Protsessy deformatsii* [Deformation processing]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1977. 288 p.
  18. Chumlyakov Yu.I., Kireeva I.V., Korotaev A.D., Litvinova E.I., Zuev Yu.L. Mechanisms of plastic deformation, hardening, and fracture in single crystals of nitrogen containing austenitic stainless steels. *Russian Physics Journal*, 1996, vol. 39, no. 3, pp. 189–210.
  19. Robertson I.M. The effect of hydrogen on dislocation dynamics. *Engineering Fracture Mechanics*, 2001, vol. 68, no. 6, pp. 671–92.
  20. Birnbaum H.K., Sofronis P. Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture. *Materials Science and Engineering A*, 1994, vol. 176, no. 1-2, pp. 191–202.
  21. Park I.J., Lee S.M., Jeon H.H., Lee Y.-K. The advantage of grain refinement in the hydrogen embrittlement of Fe-18Mn-0.6C twinning-induced plasticity steel. *Corrosion Science*, 2015, vol. 93, pp. 63–69.
  22. Zan N., Ding H., Guo X.F., Tang Z., Bleck W. Effects of grain size on hydrogen embrittlement in a Fe-22Mn-0.6C TWIP steel. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2015, vol. 40, no. 33, pp. 10687–10696.
  23. Mine Y., Tachibana K., Horita Z. Effect of high-pressure torsion processing and annealing on hydrogen embrittlement of type 304 metastable austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 2010, vol. 41, no. 12, pp. 3110–3120.

### THE INFLUENCE OF HYDROGEN-CHARGING REGIME ON THE STRAIN HARDENING AND FRACTURE MECHANISM OF HIGH-NITROGEN STEEL

© 2017

*V.A. Moskvina*, graduate student, engineer

*National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk (Russia)*

*E.G. Astafurova*, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, leading researcher

*G.G. Maier*, PhD (Physics and Mathematics), junior researcher

*E.V. Melnikov*, junior researcher

*N.K. Galchenko*, PhD (Engineering), senior researcher

*Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, Tomsk (Russia)*

**Keywords:** austenitic steel; hydrogen; hydrogen charging; hydrogen saturation; hydrogen embrittlement; strain hardening; mechanical properties; fracture.

**Abstract:** The nitrogen-containing austenitic steels are the advanced alloys, which are widely used as constructional materials, in the hydrogen energetics as well. The high-nitrogen stainless steels have high strength properties and plasticity and are resistant to localized corrosion. However, in spite of the increased attention of researchers to the issues of hydrogen embrittlement of materials, the combined effect of hydrogen and nitrogen on the austenitic steels' properties is a poorly explored area. In this paper, the authors studied the influence of electrolytic hydrogen-charging regime with a saturation time up to 43 hours on the strain hardening and the deformation and fracture mechanisms during the uniaxial tension of Fe-17Cr-24Mn-1.3V-0.2C-0.8N nitrogen-containing stainless steel. It is found that hydrogen saturation effects slightly on the staging of flow curves and the ultimate tensile strength and contributes to the slight reduction in the yield stress and substantial decrease in the rupture elongation of steel. In this case, the high-nitrogen austenitic steel has a good margin of plasticity ( $\delta=11\%$ ) and high strength properties ( $\sigma_{0.2}=1190$  MPa) even after 43 hours of hydrogen saturation. The nature of fracture of austenitic steel in the initial state and after hydrogen charging under various modes is characterized as a ductile transcrystalline fracture. In the result of hydrogen saturation, a brittle layer of 3–5  $\mu\text{m}$  in thickness is formed on the surface of high-nitrogen steel samples, which fractures according to the quasi-cleavage mechanism and provides the intensive cracking of side surfaces of samples during deformation. After the electrolytic hydrogen charging of 37 and 43 hours of duration, along with the slip, one of the main mechanisms of austenitic steel deformation during tensile tests is the mechanical twinning. Hydrogenation contributes to the mechanical deformation twinning, accompanied by shear microlocalization and activation of  $\gamma\rightarrow\epsilon$  martensitic transformation.

**ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ГАЛОБУТИЛКАУЧУКОВ. ЧАСТЬ 1.  
ТЕХНОЛОГИЯ ГАЛОГЕНИРОВАНИЯ БУТИЛКАУЧУКА, РЕАЛИЗОВАННАЯ В ПРОМЫШЛЕННОСТИ**  
© 2017

*Ю.Н. Орлов*, кандидат химических наук, доцент кафедры «Химия, химические процессы и технологии»

*Г.И. Остапенко*, доктор химических наук, профессор,  
заведующий кафедрой «Химия, химические процессы и технологии»  
*Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)*

*Ключевые слова:* галобутилкаучук; галогенирование бутилкаучука; углеводородный растворитель; галогенирующий агент.

*Аннотация:* В обзоре представлены научно-технические результаты разработки и совершенствования реализованной в промышленном масштабе технологии производства галобутилкаучуков. Рассмотрены варианты технологической схемы производства и технологические приемы повышения эффективности отдельных его стадий. Особое внимание уделено аппаратному оформлению стадий растворения бутилкаучука, взаимодействия полученного раствора с галогенирующим агентом и водной обработки реакционной смеси. Показаны возможности повышения эффективности процесса за счет применения непрерывного процесса растворения крошки бутилкаучука в углеводородном растворителе, создания турбулентного режима при движении потока раствора каучука, отделения выделяющегося галогеноводорода от полученного галогенированного эластомера. Обсуждаются результаты применения различных агентов нейтрализации избытка галогена и галогеноводорода, необходимость поддержания показателя кислотности среды в определенных пределах на этой стадии. Кратко представлены результаты совершенствования стадий стабилизации, выделения и сушки галобутилкаучуков. Отмечены недостатки, присущие традиционной технологии галогенирования бутилкаучука, включающие использование в производстве хлорбутилкаучука специальной марки бутилкаучука с высокими значениями вязкости по Муни и неопределенности, необходимость рекуперации брома из водных потоков стадий нейтрализации избытка галогена и отмывки раствора бромбутилкаучука. Рассмотрены возможности совершенствования существующей технологии крупномасштабного производства галобутилкаучуков, повышения экономической эффективности и снижения экологических рисков при ее реализации в промышленном масштабе. Список литературы включает патенты ведущих мировых компаний – производителей галобутилкаучуков и публикации по результатам исследований известных специалистов в этой области.

## **ВВЕДЕНИЕ**

Галобутилкаучуки – продукты галогенирования бутилкаучука, содержащие около 1,2 % масс. хлора или 2,0 % масс. брома. Применяются в шинной, резинотехнической и других отраслях промышленности в качестве исходных материалов при получении шин и резинотехнических изделий. Отличаются повышенной по сравнению с бутилкаучуком скоростью вулканизации и способностью к совулканизации с высоконасыщенными каучуками [1].

Впервые о получении и исследовании свойств галогенированного сополимера изобутилена с изопреном – бромбутилкаучука – сообщили сотрудники компании “BFGoodrich” Р.А. Кроуфорд и Р.Т. Моррисей [2]. Для его синтеза использовали высокомолекулярный бутилкаучук с содержанием непредельных звеньев 3 % мол., раствор которого в галогенуглеводородном или углеводородном растворителе смешивали с раствором брома. Получаемый бромбутилкаучук содержал от 1,5 до 6 % масс. брома (в зависимости от дозировки брома, составлявшей от 5 до 16 % масс.) и, в отличие от исходного бутилкаучука, вулканизовался оксидами цинка, кадмия и других двухвалентных металлов в отсутствие серы. Авторы полагали, что в результате бромирования получаемый каучук содержит звенья с двумя атомами брома, присоединившимися по двойной связи, наряду с непрореагировавшими непредельными звеньями.

Аналогичная структура была приписана и хлорбутилкаучуку, полученному пропуском газообразного хлора через раствор бутилкаучука в бутане или этилхлориде при температуре  $-45 \dots -5$  °С [3]. Содержание хлора в полученных таким образом образцах хлорбутилкаучука со-

ставляло от 1 до 2 % масс., молекулярная масса была близка к молекулярной массе исходного бутилкаучука. При более высокой температуре проведения реакции хлорирования наблюдалась значительная деструкция каучука.

Несколько позже авторами [4] было определено, что оптимальное содержание брома в бромбутилкаучуке составляет 1 грамм-атом брома на 1 моль непредельных звеньев, а введение большего количества брома приводит к значительной деструкции каучука. В то же время было показано, что при использовании в качестве хлорирующего агента газообразного хлора на каждый атом хлора, входящий в состав сополимера, выделяется одна молекула хлористого водорода. Это позволило утверждать [5], что хлорирование бутилкаучука происходит в основном путем замещения атомов водорода атомами хлора, а не присоединением хлора к двойным связям сополимера.

Таким образом, реакция галогенирования бутилкаучука представляет собой частный случай низкотемпературного хлорирования олефинов с четвертичным атомом углерода при двойной связи по механизму Ингольда – Тищенко [6].

Цель работы – рассмотрение возможностей совершенствования существующей технологии крупномасштабного производства галобутилкаучуков, повышения экономической эффективности и снижения экологических рисков при ее реализации в промышленном масштабе.

## **ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ СХЕМЫ ПРОИЗВОДСТВА ГАЛОБУТИЛКАУЧУКОВ**

Сотрудниками компании “Esso” была разработана технологическая схема непрерывного процесса производства модифицированного бутилкаучука [5], включающего

стадии катионной сополимеризации изобутилена с изопреном в среде метилхлорида с использованием хлорида алюминия в качестве катализатора; двухступенчатой дегазации получаемой суспензии бутилкаучука в метилхлориде горячим гексаном с образованием раствора бутилкаучука в гексане; концентрирования полученного раствора путем испарения части растворителя; модификации бутилкаучука путем его взаимодействия с модифицирующим агентом, в частности хлором; нейтрализации избытка реагента с последующей отмывкой водой; двухступенчатой водной дегазации раствора модифицированного бутилкаучука; выделения и сушки полимера; конденсации и осушки паров непрореагировавших мономеров, метилхлорида и гексана, удаляемых из «гексанового» дегазатора; разделения смеси возвратных углеводородов путем их ректификации; конденсации паров гексана и воды, удаляемых из «водного» дегазатора; отстаивания от воды влажного углеводородного растворителя, возвращаемого на стадию дегазации суспензии бутилкаучука.

Данная технологическая схема была видоизменена другой группой исследователей, предложившей для дегазации непрореагировавших мономеров и метилхлорида на первой ступени использовать гексан в виде перегретого пара, а их окончательное удаление из раствора бутилкаучука проводить в противоточной колонне [7]. Кроме того, технологическая схема была дополнена ректификационной колонной очистки растворителя от олигомеров изобутилена и изопрена, образующихся в процессе разделения смеси возвратных углеводородов, а также узлом приготовления латекса бутилкаучука.

В случае неполноты дегазации непрореагировавших мономеров и присутствия их в следовых количествах в растворе бутилкаучука, подаваемом на галогенирование, возможно образование галогенпроизводных мономеров, являющихся высокотоксичными и потенциально канцерогенными соединениями. Для предотвращения накопления этих соединений в возвратном растворителе и далее в товарном каучуке было предложено [8] обрабатывать возвратный растворитель активированной окисью алюминия в колонном адсорбере при температуре 60–100 °С с последующей регенерацией окиси алюминия обработкой раствором щелочи, промывкой водой и высокотемпературной сушкой.

Более простая для промышленного освоения технологическая схема, также разработанная в компании «Esso», была основана на использовании товарного бутилкаучука для приготовления его раствора в углеводородном растворителе и дальнейшего галогенирования хлором или бромом [4]. Последующие стадии нейтрализации, водной отмывки, выделения и сушки галобутилкаучука не имели существенных отличий. Такая принципиальная схема производства галобутилкаучука не требовала изменения аппаратного оформления узла дегазации в производстве бутилкаучука, ее преимуществом было и разделение контуров возвратных углеводородов в производствах бутилкаучука и галобутилкаучука. Поэтому данная технологическая схема получила широкое распространение в промышленности.

Так как транспортировка брома в крупных масштабах не производится, и имеются строгие ограничения на сброс бромид-ионов в рыбохозяйственные водоемы, то дополнительными стадиями производства бромбу-

тилкаучука являются получение брома и его рекуперация из бромидсодержащих водных потоков обработкой их хлором с последующей отгонкой брома с водяным паром и приготовлением его раствора в углеводородном растворителе [9–11].

После ввода в эксплуатацию в г. Тольятти производства бутилкаучука в среде алифатического растворителя, разработанного в НИИМСК [12], и достижения его высокой экономической эффективности в результате совершенствования технологии производства сотрудниками ООО «Тольяттикаучук» [13; 14] появилась возможность разработки технологии производства бутил- и галобутилкаучуков с использованием общего растворителя, реализованная в патенте компании «Lanxess» [15]. Технологический процесс включает стадии: подготовки шихты, в состав которой входят мономеры (изобутилен и изопрен) и алифатический растворитель (гексан) в соотношении 2:1; полимеризации мономеров с образованием раствора бутилкаучука; отгонки остаточных мономеров из раствора бутилкаучука; галогенирования бутилкаучука в растворе; выделения и сушки галобутилкаучука; регенерации растворителя. Преимуществом данного способа является снижение энергозатрат, обусловленное отсутствием необходимости выделения бутилкаучука из раствора и его повторного растворения в растворителе для галогенирования.

#### АППАРАТУРНОЕ ОФОРМЛЕНИЕ СТАДИИ РАСТВОРЕНИЯ БУТИЛКАУЧУКА

Для растворения используют крошку каучука с содержанием влаги 0,2–10,0 масс. %, которую отбирают после вибросушилки либо непосредственно после эксцеллера для предварительного отжима влажной крошки каучука. Предлагается также использовать влажную крошку каучука, отобранную непосредственно со стадии дегазации производства бутилкаучука либо из концентраторов червячно-отжимных сушильных агрегатов [10]. С целью исключения попадания микропримесей, содержащихся в циркуляционной воде производства галобутилкаучука, в циркуляционную воду производства бутилкаучука и снижения энергозатрат производят концентрирование пульпы бутилкаучука с возвратом циркуляционной воды на производство бутилкаучука и последующим разбавлением концентрата циркуляционной водой производства галобутилкаучука [16]. В случае применения в качестве сырья товарного бутилкаучука в виде брикетов, для их измельчения с целью интенсификации последующего растворения каучука предлагается использовать экструдер [17].

Для обеспечения непрерывности процесса галогенирования необходимо несколько аппаратов растворения бутилкаучука, осуществляемого периодически [18]. Более экономичным является использование непрерывного процесса растворения каучука в вертикальном цилиндрическом аппарате конструкции ОАО НИИ «Ярсинтез», снабженном мешалкой и циркуляционным насосом [19]. Аппарат имеет зону смешения, в которой установлена мешалка, зону растворения, расположенную выше зоны смешения, и зону отстоя, находящуюся ниже зоны смешения. Водная суспензия крошки каучука и растворитель подаются в верхнюю часть зоны отстоя непосредственно под мешалку. Раствор полимера выводится в балансовом количестве с верха аппарата, вода –

из нижней части аппарата. Циркуляция раствора внутри зоны растворения обеспечивается выносным насосом.

Специалистами ОАО «Нижнекамскнефтехим» разработана конструкция аппарата для растворения бутилкаучука, обеспечивающая снижение энергозатрат на растворение каучука за счет исключения мешалки [20]. Растворение влажной крошки бутилкаучука в аппарате этой конструкции осуществляется с использованием циркуляционного насоса. Циркулирующий раствор полимера забирают из зоны растворения с верха аппарата и подают обратно в аппарат в две точки, одна из которых находится в нижней части зоны растворения, а другая – в нижней части зоны смешения. Вода, имеющая удельную плотность выше удельной плотности раствора полимера в углеводородном растворителе, отстаивается в зоне отстоя и выводится из нижней части аппарата. Готовый раствор бутилкаучука выводят из верхней части аппарата.

#### **АППАРАТУРНОЕ ОФОРМЛЕНИЕ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ СТАДИЙ ГАЛОГЕНИРОВАНИЯ БУТИЛКАУЧУКА И ВОДНОЙ ОБРАБОТКИ РЕАКЦИОННОЙ СМЕСИ**

Спецификой процесса производства галобутилкаучуков является необходимость использования высоковязких растворов каучуков в органическом растворителе [21; 22]. Эффективность процесса на каждой из стадий зависит от эффективности массообмена, что в условиях использования высоковязких растворов является проблемой. Особенностью процесса синтеза хлорбутилкаучука являлось также применение газообразных веществ – молекулярного хлора в смеси с азотом (обычно в мольном соотношении 1:6–1:5), что определяло ситуацию, когда объем газообразной смеси практически в 6–7 раз и больше превышал объем высоковязкого раствора каучука в органическом растворителе. Это требовало особого внимания при создании оптимальных условий хлорирования каучука в системе жидкость – газ, в первую очередь реализации в зоне реакции мелкопузырькового (пенного) режима при смешении потоков реагентов газ – вязкая жидкость. Необходимо было исключить формирование в зоне реакции «снарядного» режима при движении газа через жидкость, который обуславливает неполное растворение хлора в жидкофазной реакционной смеси и, как следствие, проскок хлора в атмосферу, что недопустимо [21; 22].

Сотрудниками БашГУ, ИХФ РАН и Казанского ГТИ [23; 24] был разработан и проверен в опытно-промышленном масштабе принципиально новый оригинальный процесс получения хлорбутилкаучука на базе малогабаритных высокопроизводительных трубчатых аппаратов диффузор-конфузорной конструкции, работающих в режиме постоянной по длине аппарата высокоразвитой турбулентности в потоках. По сравнению с традиционной схемой производства хлорбутилкаучука в новом процессе был исключен объемный аппарат смешения, где раствор каучука насыщается хлором, заменены на трубчатые аппараты объемные реакторы смешения на стадиях хлорирования, нейтрализации, введения стабилизаторов и антиагломератора.

В патенте компании «Прессиндустрия» [25] для более равномерного распределения галогена в потоке раствора эластомера галогенирование бутилкаучука рекомендуется проводить при смешении галогена с потоком раствора каучука, находящимся в турбулентном движе-

нии без явления инверсии потока. Это, по мнению авторов, способствует повышению эффективности галогенирования и снижению деструкции каучука. В качестве аппарата для проведения галогенирования предлагается использовать реактор колонного типа, заполненный насадкой для создания турбулентного режима при движении потока раствора каучука. Для улучшения диспергирования и снижения локальной концентрации галоген перед смешением с раствором каучука разбавляют газообразным или жидким разбавителем.

С целью интенсификации процесса галогенирования и полноты его протекания предложено [26] периодически разделять (газо)жидкостный поток по длине аппарата на пустотелых насадках на периферический и осевой потоки, которые вновь соединяются в разделительном слое, находящемся между насадками. Количество насадок подбирается таким образом, чтобы после прохождения последней насадки, когда потоки вновь объединяются, процесс галогенирования был окончен.

Усовершенствование данного способа специалистами ОАО НИИ «Ярсинтез» за счет введения дополнительной стадии, на которой отделяемый от раствора галобутилкаучука газовый поток, содержащий непрореагировавший галоген, перед его нейтрализацией направляют на взаимодействие с раствором исходного бутилкаучука, позволяет существенно повысить конверсию галогена [27]. С этой целью предложено предусмотреть в аппарате колонного типа две зоны взаимодействия галогена (хлора или брома) и раствора бутилкаучука и две зоны сепарации газожидкостной реакционной смеси и дополнительно установить «глухую» тарелку, на которую подавать исходный раствор бутилкаучука. Сепарацию газожидкостной реакционной смеси можно проводить непосредственно в верхней части аппарата (как вариант – в выносном аппарате), а установка «глухой» тарелки позволяет реализовать дополнительную стадию взаимодействия газового потока с раствором исходного бутилкаучука.

Дополнительную стадию взаимодействия газового потока и исходного раствора бутилкаучука также можно осуществлять в отдельном аппарате колонного типа или в интенсивном смесителе, а разделение газожидкостной реакционной массы проводить в отдельных сепараторах [27; 28]. При этом конверсия двойных связей бутилкаучука на дополнительной (первой) стадии галогенирования составляет не более 50%, на основной (второй) стадии – от 80 до 100 % [28]. Следует отметить, что в рассмотренных выше технологических схемах галогенирования бутилкаучука [21–28] не реализуется возможность применения веществ, связывающих галогеноводород или выводящих его из зоны реакции. Поэтому при проведении технологического процесса велика вероятность протекания побочных реакций с участием галогеноводорода, приводящих к снижению степени полимеризации эластомера и активности его в реакции вулканизации. В связи с этим обращает на себя внимание необходимость использования в данных работах в качестве исходного вещества бутилкаучука с высокими значениями средней молекулярной массы и неопределенности, выходящими за рамки требований к каучуку серийной марки БК-1675Н. Другими словами, для производства галобутилкаучука требуется специальная марка бутилкаучука БК-2080, производство которой более энергоемко по сравнению с БК-1675Н.

Эти же недостатки можно отметить и у способа получения галогенированных бутилкаучуков, содержащих непрогалогенированные двойные связи в количестве, превышающем 0,7 % мол. [29; 30]. Эти каучуки предлагались компанией “Bayer” взамен смесей бутил- и галобутилкаучуков.

При значительно большем содержании изопренильных звеньев в исходном бутилкаучуке (от 3 до 6,5 % мол.), как предлагается сотрудниками компании “Lanxess” [31], становится возможным получение бромбутилкаучука в гомогенном углеводородном растворе без введения воды для поглощения выделяющегося бромистого водорода и с исключением стадии его нейтрализации раствором щелочи. В этом случае связывание выделяющегося бромистого водорода происходит за счет его присоединения к изопренильным звеньям каучука, присутствующим в значительном избытке [31]. Однако представляется весьма вероятным, что экономический эффект от исключения стадии нейтрализации и применения воды на стадии галогенирования не будет превышать увеличения затрат на производство бутилкаучука с очень высоким значением неопределенности и требуемым уровнем значения вязкости по Муни.

Для минимизации воздействия галогеноводорода на структуру образующегося галобутилкаучука сотрудниками ОАО «Нижекамскнефтехим» и ОАО НИИ «Ярсинтез» было предложено совмещение стадий галогенирования и промывки полученного эластомера от кислых продуктов реакции при смешении в условиях турбулентного движения раствора эластомера, галогенирующего агента и воды [32]. При этом галогенирующий агент, находящийся в жидкой фазе, и промывочную воду также необходимо подавать при турбулентном движении. Турбулентное движение потоков может быть достигнуто с помощью насосов любых типов, изготовленных из химически стойких материалов или с защитным химически стойким покрытием. Для придания потокам турбулентного движения могут быть использованы и другие средства, например безобъемный смеситель, оснащенный конфузоре-диффузорными секциями, или кольца Рашига, загруженные в трубу.

Согласно [32], на стадии галогенирования в непрерывный, движущийся в турбулентном режиме поток раствора эластомера подают галогенирующий агент. Потоки смешиваются и при турбулентном движении поступают в проточный безобъемный реактор, куда также подают поток воды, предварительно придав ему турбулентное движение. Основное количество выделяющегося галогеноводорода растворяется в воде и отделяется от полученного галогенированного эластомера на следующей стадии.

Такое оформление технологического процесса позволяет снизить требования к вязкости по Муни и неопределенности исходного бутилкаучука и использовать каучук марки БК-1675М для производства бромбутилкаучука. Однако это не достигается в случае хлорбутилкаучука, при производстве которого наблюдается значительное падение вязкости по Муни при галогенировании, достигающее 12 ед. По-видимому, это объясняется тем, что по сравнению с бромированием бутилкаучука реакция его хлорирования и, соответственно, образование хлороводорода характеризуется значительно более высокой скоростью и завершается уже при смешении раствора бутилкаучука с хлором, до смешения реакционной массы с водой.

В развитие данного способа предложено [33] проводить взаимодействие бутилкаучука с галогеном в инертном по отношению к ним растворителе в условиях, обеспечивающих отсутствие газовой фазы в реакционной зоне. Это позволяет отказаться от введения в систему инертного газа, как правило, азота, в таком количестве, чтобы не допустить образования взрывоопасных концентраций смеси хлор (бром) – растворитель. Согласно [33], взаимодействие осуществляют в три стадии, на первой из которых проводят интенсивное смешение раствора бутилкаучука и раствора галогена с получением реакционной массы, на второй – интенсивное смешение реакционной массы с водой, разделение фаз и удаление водной фазы, на третьей – завершают взаимодействие бутилкаучука с галогеном. Введение воды на второй стадии позволяет вывести из реакционной массы галогеноводород и минимизировать тем самым протекание деструкции каучука. Вместе с тем на первой стадии технологического процесса сохраняются условия взаимодействия каучука с галогеноводородом.

С целью дальнейшей минимизации деструкции каучука и снижения содержания в галобутилкаучуке солей кальция, образующихся в результате превращений стеарата кальция, содержащегося в исходном бутилкаучуке, на стадии галогенирования, было предложено проводить двухстадийное взаимодействие бутилкаучука с галогеном в инертном растворителе в присутствии воды с последующим разделением фаз [34]. При этом на первой стадии галогенирования дозировка галогена составляет 1,5–15 % от общей его дозировки, а отделяемый после проведения первой стадии водный слой значительно уступает по объему количеству воды, вводимой на второй стадии. Таким образом, предлагаемая технологическая схема отличается от традиционной [4] возможностью промежуточного вывода водной фазы.

Представляется несостоятельным предлагаемое с целью снижения падения вязкости по Муни образующегося галобутилкаучука повышение температуры в ходе процесса галогенирования [35; 36]. Напротив, повышение температуры реакционной массы, содержащей выделившийся галогеноводород, может привести только к усилению деструкции каучука.

Обобщение опыта исследований по галогенированию бутилкаучука [18; 37] позволило сформулировать подходы к организации процесса синтеза ГБК с равномерным распределением галогена по длине цепи, эффективным съемом тепла реакции и минимизацией нежелательных побочных реакций, заключающиеся в необходимости быстрого обновления поверхности контакта фаз посредством интенсивного массообмена, снижения скорости химического взаимодействия галогенирующего агента со звеньями полимерной цепи путем использования реагентов в разбавленном виде и снижения концентрации галогеноводорода в реакционной массе при добавлении воды.

#### **ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ПРИЕМЫ СОВЕРШЕНСТВОВАНИЯ СТАДИИ НЕЙТРАЛИЗАЦИИ ИЗБЫТКА ГАЛОГЕНА И ВЫДЕЛЯЮЩЕГОСЯ ГАЛОГЕНОВОДОРОДА**

Нейтрализацию избытка галогена было предложено осуществлять вводом соединений основного характера, в частности карбоната натрия или гидроксида калия

в виде водного и спиртового растворов соответственно [38; 39]. При этом с целью предотвращения появления темной окраски галобутилкаучука требовалось поддерживать рН на стадиях нейтрализации избытка галогенирующего агента, отмывки и дегазации раствора галобутилкаучука в диапазоне 6,5–7,5 [40]. Вместе с тем, как отмечалось другими исследователями [4], если исходный бутилкаучук содержит стеарат цинка или кальция, вводимый в качестве антиагломератора при выделении каучука методом водной дегазации, то при значении рН водной фазы в интервале 4–10 будет происходить образование стеарата натрия, способствующего эмульгированию воды в углеводородной среде и ухудшению отделения раствора каучука от водной фазы. Высокое значение рН способствует увеличению зольности каучука, поэтому для предотвращения образования стеарата натрия значение рН водной фазы на стадиях нейтрализации и отмывки должно быть на уровне 3–4.

С целью повышения эффективности удаления из раствора галобутилкаучука избытка галогенирующего агента и образующегося при галогенировании бутилкаучука галогеноводорода было предложено [41] количество воды, вводимое с щелочным агентом и при отмывке, распределять таким образом, чтобы дисперсионной средой на стадии нейтрализации был углеводородный раствор каучука, а на стадии отмывки – вода. При этом повышается эффективность нейтрализации и уменьшается продолжительность расслаивания фаз.

Альтернативным техническим решением проведения нейтрализации избытка галогена и образующегося галогеноводорода является ввод в реакционную смесь после галогенирования безводного аммиака [42]. По мнению авторов, преимуществом такого способа может быть упрощение проведения нейтрализации, протекающей в этом случае в однофазной системе. Образующийся в результате происходящих реакций галогенид аммония может быть отделен от раствора каучука осаждением, фильтрованием или водной промывкой. Однако при этом повышается вероятность деструкции каучука в ходе его галогенирования в отсутствие воды, экстрагирующей галогеноводород, что ограничивает применение безводного аммиака в качестве нейтрализующего агента.

С целью исключения присутствия в воде на стадии водной дегазации гипогалогенид-ионов, образующихся при взаимодействии избытка галогена с водным раствором щелочи, и снижения до минимума содержания галогенид-ионов, что особенно важно для производства бромбутилкаучука, сотрудниками ОАО «Нижнекамскнефтехим» и ОАО НИИ «Ярсинтез» предложено [43] водную обработку раствора галобутилкаучука проводить в каскаде из трех интенсивных смесителей, разделенных двумя отстойниками. Водная и углеводородная фазы в каскаде движутся противотоком. При этом в первый (по ходу раствора галобутилкаучука) и третий смесители подают раствор щелочи, а во второй – паровой конденсат и раствор восстановителя. Значение рН водной фазы во втором отстойнике составляет 3,5–5, в первом – 2–3, что способствует хорошему разделению фаз. Балансовое количество водной фазы из первого отстойника выводят из системы на нейтрализацию раствором щелочи и очистку от растворителя; раствор галобутилкаучука после донейтрализации в третьем смесителе выводят на узел

водной дегазации. Введение восстановителя в ходе водной обработки позволяет связать остаточное количество свободного галогена и перевести его в галогенид-ион.

## СТАДИИ СТАБИЛИЗАЦИИ, ВЫДЕЛЕНИЯ И СУШКИ ГАЛОБУТИЛКАУЧУКОВ

В связи с тем, что галобутилкаучуки могут подвергаться дегидрогалогенированию во время их выделения, сушки и дальнейшей переработки, для предотвращения структурирования и деструкции каучуков под воздействием галогеноводорода их заправляют стабилизаторами. В качестве стабилизаторов используют акцепторы галогеноводорода. Так, в ранних работах по получению бромбутилкаучука в качестве стабилизатора использовали силикат кальция в дозировке 2,5 % от массы каучука [38; 39]; для стабилизации хлорбутилкаучука применяли оксид магния, введение которого в количестве 0,25–2 м. ч. на 100 м. ч. каучука предотвращало гелеобразование при его термообработке [44].

В дальнейшем для стабилизации галобутилкаучуков в процессе их выделения и сушки была предложена композиция, состоящая из стеарата кальция и полиалкиленгликоля, концевая группа или группы которого отличны от гидроксильной группы [45]. Было показано, что композиция из этих компонентов обладает синергическим эффектом, ее применение замедляет выделение галогеноводорода и предотвращает изменение окраски каучука и гелеобразование.

В развитие этой разработки для предотвращения изменения окраски галобутилкаучука под воздействием высоких температур на стадии его сушки, а также в процессе длительного хранения каучука предложена стабилизирующая композиция, включающая стеарат кальция, эпоксицированное соевое или льняное масло, гидроксид или оксид кальция или магния [46]. Стабилизирующая композиция вводится в раствор галобутилкаучука совместно с антиоксидантом фенольного или аминного типа в виде суспензии в воде или углеводородном растворителе перед стадиями выделения и сушки каучука. Одним из преимуществ применения данной композиции является низкий уровень содержания в каучуке после его сушки свободной стеариновой кислоты, которая может вызывать ускорение дегидрогалогенирования каучука в процессе его хранения и переработки.

Стадию выделения галобутилкаучуков осуществляют по обычной схеме многоступенчатой водной дегазации, применяемой в промышленности для каучуков, получаемых полимеризацией в растворе, стадию сушки – в червячно-отжимных сушильных агрегатах [47–49].

## ВЫВОДЫ

1. Анализ литературных данных показывает, что в мировой практике производство галобутилкаучуков осуществляется прямым галогенированием исходного бутилкаучука при интенсивном смешении раствора каучука в углеводородном растворителе с раствором галогена в том же растворителе в присутствии воды. В качестве исходного сырья может быть использован бутилкаучук в виде мокрой крошки из концентратора установки выделения. Использование с этой целью товарного бутилкаучука в виде брикетов требует дополнительных затрат на сушку каучука, а при реализации замены растворителя в полимеризате бутилкаучука на более

высококипящий, например гексан, возможно внесение примесей в возвратные углеводороды и, соответственно, шихту производства бутилкаучука.

2. Для производства хлорбутилкаучука с оптимальными физико-механическими показателями по существующей технологии требуется специальная марка бутилкаучука БК-2080 с высокими значениями вязкости по Муни и неопределенности. Получение такой марки бутилкаучука требует значительного снижения температуры полимеризации, роста энергозатрат на охлаждение шихты и, как следствие, повышения себестоимости каучука. Кроме того, при совмещении производства двух марок каучука на одной установке потребуются переработка переходных партий, неизбежных при переходе с одной марки каучука на другую.

3. Для производства бромбутилкаучука возможно использование в качестве сырья бутилкаучука марки БК-1675, так как наиболее востребованные в шинной промышленности марки бромбутилкаучука, применяемые при изготовлении внутреннего слоя шин для легковых автомобилей, характеризуются низким и средним уровнями значений вязкости по Муни. Однако в этом случае необходима рекуперация брома из водных потоков стадий нейтрализации избытка галогена и отмывки раствора бромбутилкаучука, так как по содержанию бромид-ионов в воде водоемов существуют жесткие ограничения.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Шмарлин В.С., Бугров В.П., Тимофеева Л.С., Прокофьев Я.Н. Синтез, свойства и применение модифицированных бутилкаучуков. М.: ЦНИИТЭнефтехим, 1973. 81 с.
- Crawford R.A., Morrissey R.T. Isoolefin polyolefin interpolymer derivatives and compositions comprising the same: patent US № 2631984, 1953.
- Morrissey R.T., Falls C., Marvin R. Chlorine derivatives of isoolefin-polyolefin polymers and compositions comprising the same: patent US № 2732354, 1956.
- Parker P.Th., Bryan J.L., Small A.B., Pugh D.W., Buchmann F.J. Continuous chlorination and bromination of butyl rubber: patent US № 3099644, 1963.
- Tegge B.R., Baldwin F.P., Serniuk G.E. Continuous process for chemically modifying isoolefin-multiolefin rubbery polymer: patent US № 3023191, 1962.
- Бодриков И.В., Смолян З.С. Механизм галогенирования олефинов // Успехи химии. 1966. Т. 35. № 5. С. 853–880.
- Duane L.E., Johnson Jr.J.A. Purifying recycle streams in integrated process for preparing halogenated butyl rubber and butyl rubber latex: patent US № 3257349, 1966.
- Tegge B.R., Weary F.G., Sakaguchi Ya. Removal of organic halides from hydrocarbon solvents: patent US № 4713413, 1987.
- Иштерьяков А.Д., Сальников С.Б., Мустафин Х.В., Шияпов Р.Т., Софронова О.В., Шепелин В.А., Беспалов В.П., Андреев В.А., Узелкова В.В., Паховов В.И. Способ получения бромбутилкаучука: патент РФ № 2212416, 2003.
- Щербань Г.Т., Бусыгин В.М., Мустафин Х.В., Шияпов Р.Т., Иштерьяков А.Д., Шамсутдинов В.Г., Софронова О.В., Андреев В.А., Сальников С.Б., Беспалов В.П., Жилин А.Г., Овчинников А.И. Способ получения бромбутилкаучука: патент РФ № 2177956, 2002.
- Занавескин Л.Н., Захарова Л.З., Степанов П.А., Занавескин К.Л. Способ получения бромбутилкаучука: патент РФ № 2401844, 2010.
- Петрова В.Д., Щербакова Н.В., Прокофьев Я.Н., Паутов П.Г. Процесс получения бутилкаучука в углеводородном растворе // Исследование и разработка технологии производства мономеров и синтетических каучуков. Вып. 3. М.: ЦНИИТЭНефтехим, 1979. С. 132–142.
- Абрамова Н.В., Батаев И.П., Батаева Л.П., Головачев А.М., Коновалов В.И., Лавриненко Н.И., Сире Е.М., Токарь А.Е., Щербань Г.Т. Способ получения бутилкаучука: патент РФ № 2177009, 2001.
- Батаева Л.П., Абрамова Н.В., Григорук Ж.Г., Горбик Н.С., Орлов Ю.Н., Иванов И.В., Кузнецов А.Г., Федотов Ю.И., Лавриненко Н.И., Вольский В.И., Токарь А.Е. Способ получения бутилкаучука: патент РФ № 2259376, 2005.
- Пауль Х.И., Феллер Р., Лавгров Д.Д.А., Гроновски А., Юпке А., Хеккер М., Кирххофф Й., Беллингхаузен Р. Способ с общим растворителем для получения высокомолекулярного галогенированного бутилкаучука: патент РФ № 2510402, 2014.
- Сальников С.Б., Паутов П.Г., Беспалов В.П., Чуркин М.В., Чуркин В.Н., Федотов В.И. Способ получения галогенированных бутилкаучуков: патент РФ № 2361882, 2009.
- Comandini R. Method of solvating butyl rubbers: patent US № 3756978, 1973.
- Занавескин Л.Н., Аверьянов В.А., Занавескин К.Л., Степанов П.А. Химия и технология промышленного синтеза галогенированных бутилкаучуков. Часть 1. Хлорированный бутилкаучук // Каучук и резина. 2010. № 6. С. 31–39.
- Сальников С.Б., Добровинский В.Е., Беспалов В.П., Чуркин М.В., Чуркин В.В., Паутов П.Г., Коргичев А.Н. Способ приготовления раствора бутилкаучука и аппарат для растворения: патент РФ № 2528558, 2014.
- Бусыгин В.М., Сахобутдинов А.Г., Нестеров О.Н., Гавриков В.Н., Хасанов Н.Т., Софронова О.В. Способ приготовления раствора базового полимера для производства галобутилкаучуков: патент РФ № 2484106, 2013.
- Минскер К.С., Берлин Ал.Ал., Дебердеев Р.Я. Энерго- и ресурсосберегающая технология получения хлорбутилкаучука с использованием трубчатых турбулентных аппаратов // Химическая промышленность. 2000. № 11. С. 26–30.
- Сангалов Ю.А., Минскер К.С. Полимеры и сополимеры изобутилена: Фундаментальные проблемы и прикладные аспекты. Уфа: Гилем, 2001. 384 с.
- Берлин Ал.Ал., Минскер К.С., Дебердеев Р.Я. Энерго- и ресурсосберегающая технология получения хлорбутилкаучуков // Доклады РАН. 2000. Т. 375. № 2. С. 218–221.
- Минскер К.С., Дебердеев Р.Я., Берлин А.А., Иванова С.Р., Минскер С.К., Дебердеев Т.Р., Бусыгин В.М., Мустафин Х.В., Гильмутдинов Н.Р., Рязанов Ю.И., Галявнев Ш.Ш., Шияпов Р.Т., Зиятдинов А.Ш., Ухов Н.И., Иштерьяков А.Д., Шамсутдинов В.Г., Софронова О.В., Шепелин В.А., Калинин В.Н., Сальников С.Б., Андреев В.А., Серебрякова Б.Р. Способ непрерывного получения галогенированных



- эластомеров и устройство для его осуществления: патент РФ № 2263682, 2005.
25. Странео П., Маффещони К., Марчеджано А., Морретти Э., Пенати А. Непрерывный способ и устройство для галогенирования эластомеров: патент РФ № 2148589, 1993.
  26. Минскер К.С., Дебердеев Р.Я., Дьяконов Г.С., Шияпов Р.Т., Софронова О.В., Иштерьяков А.Д., Зиятдинов А.Ш., Захаров В.П., Иванова С.Р., Мустафин Х.В., Ухов Н.И., Калинин В.Н. Способ и устройство для галогенирования эластомеров: патент РФ № 2170237, 2001.
  27. Сальников С.Б., Беспалов В.П., Паутов П.Г., Добровинский В.Е., Мустафин Х.В., Шияпов Р.Т., Шамсутдинов В.Г., Иштерьяков А.Д., Софронова О.В. Непрерывный способ галоидирования бутилкаучука: патент РФ № 2186788, 2002.
  28. Сальников С.Б., Беспалов В.П., Паутов П.Г., Добровинский В.Е., Мустафин Х.В., Шияпов Р.Т., Шамсутдинов В.Г., Иштерьяков А.Д., Щербань Г.Т., Софронова О.В. Способ получения галоидированного бутилкаучука: патент РФ № 2186789, 2002.
  29. Sumner A., Kelbch S., Verbiest A. Halogenated butyl rubbers having a low halogen content: patent US № 5886106, 1999.
  30. Самнер Э., Кельбх Ш., Фербист А. Галогенированные бутилкаучуки с пониженным содержанием галогенов: патент РФ № 2212417 РФ, 2003.
  31. Resendes R., Kaszas G. Method of halogenating butyl rubber without acid neutralization agents: Eur. pat. № 1820808 A1, 2007.
  32. Бусыгин В.М., Шияпов Р.Т., Иштерьяков А.Д., Шепелин В.А., Сафин Д.Х., Филимонов В.А., Воробьев Е.А. Непрерывный способ галоидирования эластомеров: патент РФ № 2255092, 2005.
  33. Бусыгин В.М., Гильманов Х.Х., Гильмутдинов Н.Р., Шияпов Р.Т., Софронова О.В., Сальников С.Б., Беспалов В.П., Паутов П.Г., Федотов В.И., Андреев В.А. Способ галоидирования бутилкаучука: патент РФ № 2272813, 2006.
  34. Сальников С.Б., Беспалов В.П., Паутов П.Г., Чуркин В.Н., Чуркин В.Н., Добровинский В.Е. Способ галоидирования бутилкаучука: патент РФ № 2373224, 2009.
  35. Щербань Г.Т., Мустафин Х.В., Шияпов Р.Т., Шамсутдинов В.Г., Иштерьяков А.Д., Софронова О.В., Сальников С.Б., Беспалов В.П., Паутов П.Г. Способ получения галоидированного бутилкаучука: патент РФ № 2169737, 2001.
  36. Grigoruk Zh.G., Abramova N.V., Orlov Ju.N. Bromination of butyl rubber with a combination of sodium bromide – tert-butyl hypochlorite // *Polymer science. Series B*. 2009. Vol. 51. № 12. P. 2205–2208.
  37. Занавескин Л.Н., Аверьянов В.А., Занавескин К.Л., Степанов П.А. Химия и технология промышленного синтеза галогенированных бутилкаучуков. Часть 2. Бромированный бутилкаучук // *Каучук и резина*. 2011. № 1. С. 26–35.
  38. Stabilized isoolefin polyolefin interpolymer derivatives and method of producing same: patent US № 2681899, 1954.
  39. Morrissey R.T., Weiss H.J. Hollow fluid-containing article comprising brominated rubbery interpolymer: patent US № 2698041, 1954.
  40. Recovering halogenated copolymers: patent US № 2973346, 1961.
  41. Neutralization in halogenated butyl rubber production: patent US № 3242148, 1966.
  42. McCoy P., Zimmerman S. Processing of rubber: patent US № 3784531, 1974.
  43. Иштерьяков А.Д., Сальников С.Б., Бусыгин В.М., Беспалов В.П., Шияпов Р.Т., Паутов П.Г., Софронова О.В., Прокофьев Я.Н., Мустафин Х.В. Способ водной обработки раствора хлор(бром)бутилкаучука: патент РФ № 2209816, 2003.
  44. Baldwin F.P., Hakala Th.H. Process for stabilizing halogenated butyl rubber against gelation with magnesium oxide, and stabilized product obtained thereby: patent US № 2962473, 1960.
  45. Hous P. Stabilized halobutyl rubber: patent US № 4104218, 1978.
  46. Roper R., Newman N.F., Hous P. Stabilized halogenated butyl rubber: patent US № 4130519, 1978.
  47. Добровинский В.Е., Комаров С.М., Сальников С.Б., Беспалов В.П., Андреев В.А. Способ выделения полимера: патент РФ № 2129126, 1999.
  48. Щербань Г.Т., Беспалов В.П., Сальников С.Б., Андреев В.А., Мустафин Х.В., Шияпов Р.Т., Шамсутдинов В.Г., Иштерьяков А.Д., Якушев Ю.Н. Способ выделения галоидбутилкаучука: патент РФ № 2181730, 2002.
  49. Иштерьяков А.Д., Шияпов Р.Т., Крекшин М.Н., Якушев Ю.Н., Хасанов Н.Т., Гильмутдинов Н.Р., Софронова О.В., Андреев В.А., Сальников С.Б., Беспалов В.П., Паутов П.Г. Способ выделения галоидированного бутилкаучука из углеводородного раствора: патент РФ № 2272814, 2006.

#### REFERENCES

1. Shmarlin V.S., Bugrov V.P., Timofeeva L.S., Prokofev Ya.N. *Sintez, svoystva i primeneniye modifitsirovannykh butilkauchukov* [Synthesis, properties and application of modified butyl rubbers]. Moscow, TsNIITeneftkhim Publ., 1973. 81 p.
2. Crawford R.A., Morrissey R.T. Isoolefin polyolefin interpolymer derivatives and compositions comprising the same, patent US no. 2631984, 1953.
3. Morrissey R.T., Falls C., Marvin R. Chlorine derivatives of isoolefin-polyolefin polymers and compositions comprising the same, patent US no. 2732354, 1956.
4. Parker P.Th., Bryan J.L., Small A.B., Pugh D.W., Buchmann F.J. Continuous chlorination and bromination of butyl rubber, patent US no. 3099644, 1963.
5. Tegge B.R., Baldwin F.P., Serniuk G.E. Continuous process for chemically modifying isoolefin-multiolefin rubbery polymer, patent US no. 3023191, 1962.
6. Bodrikov I.V., Smolyan Z.S. Mechanism of halogenation of olefins. *Uspekhi khimii*, 1966, vol. 35, no. 5, pp. 853–880.
7. Duane L.E., Johnson Jr.J.A. Purifying recycle streams in integrated process for preparing halogenated butyl rubber and butyl rubber latex, patent US no. 3257349, 1966.
8. Tegge B.R., Weary F.G., Sakaguchi Ya. Removal of organic halides from hydrocarbon solvents, patent US no. 4713413, 1987.
9. Ishteryakov A.D., Salnikov S.B., Mustafin Kh.V., Shiyapov R.T., Sofronova O.V., Shepelin V.A., Bespalov V.P., Andreev V.A., Uzelkova V.V., Pakhomov V.I. *Sposob polucheniya brombutilkauchuka*

- [Method of producing brominated butyl rubber], patent RF no. 2212416, 2003.
10. Shcherban G.T., Busygin V.M., Mustafin Kh.V., Shiyapov R.T., Ishteryakov A.D., Shamsutdinov V.G., Sofronova O.V., Andreev V.A., Salnikov S.B., Bepalov V.P., Zhilin A.G., Ovchinnikov A.I. *Sposob polucheniya brombutilkauchuka* [Method of producing brominated butyl rubber], patent RF no. 2177956, 2002.
  11. Znaveskin L.N., Zakharova L.Z., Stepanov P.A., Znaveskin K.L. *Sposob polucheniya brombutilkauchuka* [Method of producing brominated butyl rubber], patent RF 2401844, 2010.
  12. Petrova V.D., Shcherbakova N.V., Prokofev Ya.N., Pautov P.G. The process of producing butyl rubber in a hydrocarbon solution. *Issledovanie i razrabotka tekhnologii proizvodstva monomerov i sinteticheskikh kauchukov*. Moscow, TsNIITNeftekhim Publ., 1979. Vyp. 3, pp. 132–142.
  13. Abramova N.V., Bataev I.P., Bataeva L.P., Golovachev A.M., Konovalov V.I., Lavrinenko N.I., Sire E.M., Tokar A.E., Shcherban G.T. *Sposob polucheniya butilkauchuka* [Method of producing butyl rubber], patent RF no. 2177009, 2001.
  14. Bataeva L.P., Abramova N.V., Grigoruk Zh.G., Gorbik N.S., Orlov Yu.N., Ivanov I.V., Kuznetsov A.G., Fedotov Yu.I., Lavrinenko N.I., Volskiy V.I., Tokar A.E. *Sposob polucheniya butilkauchuka* [Method of producing butyl rubber], patent RF no. 2259376, 2005.
  15. Paul Kh.I., Feller R., Lavgrov D.D.A., Gronovski A., Yupke A., Khekker M., Kirkkhoff Y., Bellingkhauzen R. *Sposob s obshchim rastvoritelem dlya polucheniya vysokomolekulyarnogo galogenirovannogo butilkauchuka* [Method with a common solvent for producing a high molecular weight halogenated butyl rubber], patent RF no. 2510402, 2014.
  16. Salnikov S.B., Pautov P.G., Bepalov V.P., Churkin M.V., Churkin V.N., Fedotov V.I. *Sposob polucheniya galoidirovannykh butilkauchukov* [Method of producing halogenated butyl rubbers], patent RF no. 2361882, 2009.
  17. Comandini R. Method of solvating butyl rubbers, patent US no. 3756978, 1973.
  18. Znaveskin L.N., Averyanov V.A., Znaveskin K.L., Stepanov P.A. Chemistry and technology of industrial synthesis of halogenated butyl rubbers. Part 1. Chlorinated Butyl Rubber. *Kauchuk i rezina*, 2010, no. 6, pp. 31–39.
  19. Salnikov S.B., Dobrovinskiy V.E., Bepalov V.P., Churkin M.V., Churkin V.V., Pautov P.G., Korgichev A.N. *Sposob prigotovleniya rastvora butilkauchuka i apparat dlya rastvoreniya* [Method of preparing a butyl rubber solution and a dissolution apparatus], patent RF no. 2528558, 2014.
  20. Busygin V.M., Sakhabutdinov A.G., Nesterov O.N., Gavrikov V.N., Khasanov N.T., Sofronova O.V. *Sposob prigotovleniya rastvora bazovogo polimera dlya proizvodstva galobutilkauchukov* [Method of preparing a solution of a base polymer for the production of halobutyl rubbers], patent RF no. 2484106, 2013.
  21. Minsker K.S., Berlin A.I., Deberdeev R.Ya. Energy and resource-saving technology for the production of chlorobutyl rubber using tubular turbulent apparatus. *Khimicheskaya promyshlennost*, 2000, no. 11, pp. 26–30.
  22. Sangalov Yu.A., Minsker K.S. *Polimery i sopolimery izobutilena: Fundamentalnye problemy i prikladnye aspekty* [Polymers and copolymers of isobutylene: Fundamental problems and applied aspects]. Ufa, Gilem Publ., 2001. 384 p.
  23. Berlin A.I., Minsker K.S., Deberdeev R.Ya. Energy and resource-saving technology for the production of chlorobutyl rubbers. *Doklady RAN*, 2000, vol. 375, no. 2, pp. 218–221.
  24. Minsker K.S., Deberdeev R.Ya., Berlin A.A., Ivanova S.R., Minsker S.K., Deberdeev T.R., Busygin V.M., Mustafin Kh.V., Gilmutdinov N.R., Ryazanov Yu.I., Galyavnev Sh.Sh., Shiyapov R.T., Ziyatdinov A.Sh., Ukhov N.I., Ishteryakov A.D., Shamsutdinov V.G., Sofronova O.V., Shepelin V.A., Kalinin V.N., Salnikov S.B., Andreev V.A., Serebryakova B.R. *Sposob nepreryvnogo polucheniya galogenirovannykh elastomerov i ustroystvo dlya ego osushchestvleniya* [Method for the continuous production of halogenated elastomers and an apparatus for carrying it out], patent RF no. 2263682, 2005.
  25. Straneo P., Maffettstsoni K., Marchedzhano A., Moretti E., Penati A. *Nepreryvnyy sposob i ustroystvo dlya galogenirovaniya elastomerov* [Continuous method and apparatus for halogenating elastomers], patent RF no. 2148589, 1993.
  26. Minsker K.S., Deberdeev R.Ya., Dyakonov G.S., Shiyapov R.T., Sofronova O.V., Ishteryakov A.D., Ziyatdinov A.Sh., Zakharov V.P., Ivanova S.R., Mustafin Kh.V., Ukhov N.I., Kalinin V.N. *Sposob i ustroystvo dlya galogenirovaniya elastomerov* [Method and apparatus for halogenating elastomers], patent RF no. 2170237, 2001.
  27. Salnikov S.B., Bepalov V.P., Pautov P.G., Dobrovinskiy V.E., Mustafin Kh.V., Shiyapov R.T., Shamsutdinov V.G., Ishteryakov A.D., Sofronova O.V. *Nepreryvnyy sposob galoidirovaniya butilkauchuka* [Continuous method of halogenating butyl rubber], patent RF no. 2186788, 2002.
  28. Salnikov S.B., Bepalov V.P., Pautov P.G., Dobrovinskiy V.Ye., Mustafin Kh.V., Shiyapov R.T., Shamsutdinov V.G., Ishteryakov A.D., Shcherban G.T., Sofronova O.V. *Sposob polucheniya galoidirovannogo butilkauchuka* [Method of producing halogenated butyl rubber], patent RF no. 2186789, 2002.
  29. Sumner A., Kelbch S., Verbiest A. Halogenated butyl rubbers having a low halogen content, patent US no. 5886106, 1999.
  30. Samner E., Kelbkh Sh., Ferbist A. *Galogenirovannyye butilkauchuki s ponizhennym sodержaniem galogenov* [Halogenated butyl rubbers having a low halogen content], patent RF no. 2212417, 2003.
  31. Resendes R., Kaszas G. Method of halogenating butyl rubber without acid neutralization agents, Eur. pat. no. 1820808 A1, 2007.
  32. Busygin V.M., Shiyapov R.T., Ishteryakov A.D., Shepelin V.A., Safin D.Kh., Filimonov V.A., Vorobev E.A. *Nepreryvnyy sposob galoidirovaniya elastomerov* [Continuous method of halogenation of elastomers], patent RF no. 2255092, 2005.
  33. Busygin V.M., Gilmanov Kh.Kh., Gilmutdinov N.R., Shiyapov R.T., Sofronova O.V., Salnikov S.B., Bepalov V.P., Pautov P.G., Fedotov V.I., Andreev V.A. *Sposob galoidirovaniya butilkauchuka* [Method of halogenating butyl rubber], patent RF no. 2272813, 2006.

34. Salnikov S.B., Bespalov V.P., Pautov P.G., Churkin V.N., Churkin V.N., Dobrovinskiy V.E. *Sposob galoidirovaniya butilkauchuka* [Method of halogenating butyl rubber], patent RF no. 2373224, 2009.
35. Shcherban G.T., Mustafin Kh.V., Shiyapov R.T., Shamsutdinov V.G., Ishteryakov A.D., Sofronova O.V., Salnikov S.B., Bespalov V.P., Pautov P.G. *Sposob polucheniya galoidirovannogo butilkauchuka* [Method of producing halogenated butyl rubber], patent RF no. 2169737, 2001.
36. Grigoruk Zh.G., Abramova N.V., Orlov Ju.N. Bromination of butyl rubber with a combination of sodium bromide – tert-butyl hypochlorite. *Polymer science. Series B*, 2009, vol. 51, no. 12, pp. 2205–2208.
37. Zaneskin L.N., Averyanov V.A., Zaneskin K.L., Stepanov P.A. Chemistry and technology of industrial synthesis of halogenated butyl rubbers. Part 2. Brominated Butyl Rubber. *Kauchuk i rezina*, 2011, no. 1, pp. 26–35.
38. Stabilized isoolefin polyolefin interpolymer derivatives and method of producing same, patent US no. 2681899, 1954.
39. Morrissey R.T., Weiss H.J. Hollow fluid-containing article comprising brominated rubbery interpolymer, patent US no. 2698041, 1954.
40. Recovering halogenated copolymers, patent US no. 2973346, 1961.
41. Neutralization in halogenated butyl rubber production, patent US no. 3242148, 1966.
42. McCoy P., Zimmerman S. Processing of rubber, patent US no. 3784531, 1974.
43. Ishteryakov A.D., Salnikov S.B., Busygin V.M., Bespalov V.P., Shiyapov R.T., Pautov P.G., Sofronova O.V., Prokofev Ya.N., Mustafin Kh.V. *Sposob vodnoy obrabotki rastvora khlor(brom)butilkauchuka* [Method for aqueous treatment of a solution of halobutyl rubber], patent RF no. 2209816, 2003.
44. Baldwin F.P., Hakala Th.H. Process for stabilizing halogenated butyl rubber against gelation with magnesium oxide, and stabilized product obtained thereby, patent US no. 2962473, 1960.
45. Hous P. Stabilized halobutyl rubber, patent US no. 4104218, 1978.
46. Roper R., Newman N.F., Hous P. Stabilized halogenated butyl rubber, patent US no. 4130519, 1978.
47. Dobrovinskiy V.E., Komarov S.M., Salnikov S.B., Bespalov V.P., Andreev V.A. *Sposob vydeleniya polimerov* [Method of separation of polymers], patent RF no. 2129126, 1999.
48. Shcherban G.T., Bespalov V.P., Salnikov S.B., Andreev V.A., Mustafin Kh.V., Shiyapov R.T., Shamsutdinov V.G., Ishteryakov A.D., Yakushev Yu.N. *Sposob vydeleniya galoidbutilkauchuka* [Method for the separation of halobutyl rubber], patent RF no. 2181730, 2002.
49. Ishteryakov A.D., Shiyapov R.T., Krekshin M.N., Yakushev Yu.N., Khasanov N.T., Gilmutdinov N.R., Sofronova O.V., Andreev V.A., Salnikov S.B., Bespalov V.P., Pautov P.G. *Sposob vydeleniya galoidirovannogo butilkauchuka iz uglevodorodnogo rastvora* [Method for separating a halogenated butyl rubber from a hydrocarbon solution], patent RF no. 2272814, 2006.

**THE TECHNOLOGIES OF HALOBUTYL RUBBERS PRODUCTION.  
PART 1. THE TECHNOLOGY OF BUTYL RUBBER HALOGENATION IMPLEMENTED  
IN THE MANUFACTURING INDUSTRY**

© 2017

*Yu.N. Orlov*, PhD (Chemistry), assistant professor of Chair “Chemistry, chemical processes and technologies”

*G.I. Ostapenko*, Doctor of Sciences (Chemistry), Professor, Head of Chair “Chemistry, chemical processes and technologies”

*Togliatti State University, Togliatti (Russia)*

*Keywords:* halobutyl rubber; butyl rubber halogenation; hydrocarbon solvent; halogenating agent.

*Abstract:* The review presents the scientific-technical results of the development and improvement of the halobutyl rubbers production technology implemented on a commercial scale. The author considered the variants of the production scheme and the manufacturing methods for increasing the efficiency of its certain stages. Special attention is paid to the equipment design of the stages of butyl rubber dissolution, the interaction of the resulting solution with the halogenating agent and the aqueous treatment of the reaction mixture. The paper shows the possibilities of increasing the efficiency of the process due to the application of the continuous process of butyl rubber dissolution in the hydrocarbon solvent, the creation of a turbulent mode during the rubber solution flow, and the separation of the evolved halogen hydrides from the resulting halogenated elastomer. The author discusses the results of the application of various agents for neutralizing the excess halogen and halogen hydride, the necessity to keep the medium acid value within the certain limits at this stage. The results of improving the stages of halobutyl rubbers stabilization, separation and drying are briefly described. The author mentioned the disadvantages peculiar for the traditional butyl rubber halogenation technology, including the use of a special butyl rubber brand with the high values of Mooney viscosity and unsaturation in the production of chlorobutyl rubber, the necessity of bromine recuperation from water streams of the stages of excess halogen neutralization and the washing of bromobutyl rubber solution.

The paper considers the possibilities to improve current technology of large-scale production of halobutyl rubbers, to increase the economic efficiency and to mitigate the environmental risks when implementing it on a commercial scale. The list of references includes patents of the world’s leading companies – halobutyl rubbers manufacturers and the publications on the results of the research carried out by the well-known specialists in this field.

## ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА ГАЛОБУТИЛКАУЧУКОВ. ЧАСТЬ 2. АЛЬТЕРНАТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ ГАЛОГЕНИРОВАНИЯ БУТИЛКАУЧУКА

© 2017

*Ю.Н. Орлов*, кандидат химических наук, доцент кафедры «Химия, химические процессы и технологии»

*Г.И. Остапенко*, доктор химических наук, профессор,  
заведующий кафедрой «Химия, химические процессы и технологии»  
*Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)*

**Ключевые слова:** галобутилкаучук; галогенирование бутилкаучука; окислительное бромирование; электрохимическое получение галогена.

**Аннотация:** Целью обзора является рассмотрение возможностей совершенствования существующей технологии крупномасштабного производства галобутилкаучуков, повышения экономической эффективности и снижения экологических рисков при ее реализации в промышленном масштабе. В обзоре представлены научно-технические результаты разработки технологий галогенирования бутилкаучука, альтернативных существующей в промышленности. Рассмотрены направления развития технологии производства галобутилкаучуков путем проведения твердофазного галогенирования бутилкаучука, осуществления бромирования бутилкаучука в присутствии окисляющих агентов и электрофильных растворителей, применения в качестве галогенирующих агентов водных растворов галогенов, получаемых электрохимическим способом. Показаны возможности повышения эффективности процесса при проведении твердофазного галогенирования бутилкаучука за счет исключения из технологической цепочки цикла обращения с растворителем. Отмечены недостатки, присущие данной технологии галогенирования, связанные с повышением температуры при смешении полимера с галогенирующим агентом: значительное падение показателя «вязкость по Муни» и изомеризация звеньев с экзометиленовой группой, следствием которой является ускорение вулканизации каучука и снижение времени до начала вулканизации (скорчинг). Обсуждается применение окисляющих агентов и электрофильных растворителей при проведении бромирования бутилкаучука, что позволяет достигнуть практически полной конверсии брома при значительном сокращении продолжительности процесса и обеспечить высокую однородность структуры продукта реакции. Особое внимание уделено осуществлению процесса бромирования бутилкаучука в роторно-пленочном реакторе. Однако наиболее оптимальным признано совмещение стадий образования галогена и утилизации выделяющегося галогеноводорода, возможное при использовании электрохимического получения галогенов в виде их водных растворов.

### ВВЕДЕНИЕ

В первой части данного обзора были рассмотрены возможности совершенствования реализованной в промышленности технологии прямого галогенирования бутилкаучука при интенсивном смешении раствора каучука в углеводородном растворителе с раствором галогена в том же растворителе или со смесью галогена с инертным газом.

Проведение галогенирования бутилкаучука в растворе вызывает необходимость стадий растворения каучука, выделения его из раствора и регенерации растворителя. Исключение из технологической цепочки цикла обращения с растворителем привело бы к очевидным экономическим и технологическим выгодам (в энергетике, инвестициях, трудозатратах, экологических вопросах, чистоте продукции).

Одним из патентованных способов снижения энергозатрат на рецикл растворителя при производстве галобутилкаучуков является простое сокращение его дозировки: для обработки гранул или крошки бутилкаучука предложено использовать инертный углеводородный растворитель в количестве до 5–15 % от массы исходного каучука с последующими галогенированием, смешением с водой, нейтрализацией кислых продуктов реакции, отмывкой, дегазацией, выделением и сушкой каучука [1]. Проведение галогенирования бутилкаучука путем набухания гранул в растворителе, насыщенном галогеном, направлено на обеспечение одинаковой концентрации галогена вокруг частиц каучука и равномерное проникновение в поры крошки или гранулы каучу-

ка. Однако при реализации этого способа велика вероятность слипания набухших в растворителе гранул каучука и забивки оборудования.

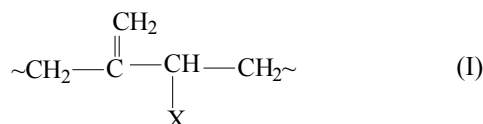
### ТВЕРДОФАЗНОЕ ГАЛОГЕНИРОВАНИЕ БУТИЛКАУЧУКА

На ранних этапах развития технологии получения галобутилкаучуков применяли галогенирование в твердой фазе путем нагревания смеси бутилкаучука с соединениями, легко отщепляющими галоген: бромсукцинимидом [2], 1,3-дихлор-5,5-диметилгидантоином [3], 1,3-дибром-5,5-диметилгидантоином [4; 5]. Данный способ имел ряд серьезных недостатков, основными из которых являлись трудность получения однородного стабильного продукта постоянного состава и высокая стоимость. Поэтому бромбутилкаучук, получаемый этим способом компанией “BFGoodrich”, не нашел широкого промышленного использования и был снят с производства [6].

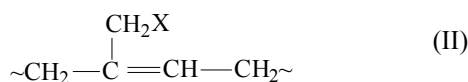
В дальнейшем исследовании группы специалистов компании “ExxonMobil” были направлены на разработку технологии галогенирования бутилкаучука в реакторе-экструдере [7–15]. В этом процессе полимерная фаза контактировала с газообразным галогенирующим агентом (хлором или бромом) при движении в двухшнековом экструдере вытесняющего действия обратного вращения со шнеками, находящимися в зацеплении. Применение такой конструкции экструдера и определение оптимальных скоростей вращения шнека и движения потока полимера позволило максимизировать площадь соприкосновения двух фаз при ее непрерывном обновлении.

Рабочая часть реактора-экструдера была разделена на зону питания, в которой формировался поток полимера, реакцию зону, где происходил контакт полимера с галогенирующим агентом, и зону нейтрализации, в которой удаление непрореагировавшего галогенирующего агента и побочного продукта – галогеноводорода достигалось продувкой азотом. Минимальное влагосодержание способствовало предотвращению коррозии оборудования.

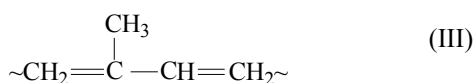
При галогенировании бутилкаучука в растворе основной структурой галогенированных звеньев является структура I с экзометиленовой группой:



В результате перегруппировки звена с экзометиленовой группой под действием бромистого водорода или катализатора Фриделя – Крафта образуется структура II, в которой галоген находится в первичном аллильном положении [15–20]:



Дегидрогалогенирование звена II приводит к образованию структуры III с сопряженными двойными связями:



Содержание звеньев структур II и (особенно) III в галобутилкаучуке, получаемом в растворе, невелико; доля звеньев структуры I составляет 70÷90 %. По данным авторов [15], при галогенировании бутилкаучука в реакторе-экструдере содержание галогенированных звеньев с экзометиленовой группой составляет 10÷50 %, звеньев структуры II – 40÷70 %, а структур III с сопряженными двойными связями – 15÷30 %. Кроме того, если при галогенировании бутилкаучука в растворе падение показателя «вязкость по Муни МБ1+8 (125 °С)» составляет 5÷10 ед., то при его галогенировании в реакторе-экструдере – 13÷20 ед.

Изомеризация звеньев с экзометиленовой группой, в которых галоген находится во вторичном аллильном положении, в звеньях структуры II, в которых галоген находится в первичном аллильном положении, приводит к ускорению вулканизации каучука и снижению времени до начала вулканизации (скорчингу). Увеличение содержания звеньев с сопряженными двойными связями в результате протекания дегидрогалогенирования ухудшает способность получаемого галобутилкаучука к вулканизации оксидом цинка, а значительное снижение вязкости по Муни, вызванное деструкцией каучука, снижает упруго-прочностные свойства вулканизатов. Поэтому были предприняты попытки к предотвращению этих нежелательных реакций путем ввода в каучук соединений, связывающих выделяющийся галогеноводород: стеарата кальция, оксида магния, эпок-

сидированного соевого масла [15]. Это позволило снизить деструкцию каучука и приблизить структуру его галогенированных звеньев к структуре каучука, получаемого в растворе. Но лишь применение комбинации соединений, связывающих галогеноводород, и снижение температуры в экструдере ниже 100 °С дало желаемый эффект в сохранении структуры галогенированных звеньев и вязкости по Муни каучука на требуемом уровне.

Однако между процессом смешения в экструдере и ростом температуры существует прямая зависимость, и снижение температуры влечет за собой ухудшение условий протекания реакции и получения однородного продукта. Это обстоятельство является одной из самых серьезных причин, ограничивающих использование экструдеров в качестве реакторов для химических процессов, в том числе и процесса галогенирования бутилкаучука.

Аналогичные результаты были получены и при твердофазном бромировании бутилкаучука с использованием твердых пористых носителей галогена. Впервые исследования бромирования бутилкаучука бромом, нанесенным на твердый носитель, были проведены с использованием цеолита типа NaX [21]. Бутилкаучук смешивали с цеолитом, на котором предварительно адсорбировали бром, при температуре 65÷80 °С (выше температуры размягчения бутилкаучука). При этом происходила десорбция брома и равномерное бромирование каучука. Получаемый таким образом бромбутилкаучук содержал в качестве наполнителя цеолит.

Преимуществом применения технического углерода в качестве носителя брома [22; 23] являлось его традиционное использование в качестве компонента резиновых смесей. Нанесение брома на технический углерод осуществляли путем его обработки раствором брома в пентане, после чего полученный бромлирующий агент смешивали с бутилкаучуком в смесителе «Брабендер». Основным направлением реакции бромирования в отсутствие веществ, связывающих бромистый водород, являлось образование бромметильной формы изопренильных звеньев. Лишь при использовании в качестве акцептора производных гуанидина (в частности, 1,3-дифенилгуанидина) в комбинации с эпоксириновым соевым маслом удалось получить саженатополненный бромбутилкаучук с содержанием бромированных звеньев в экзoформе более 90 % и значением вязкости по Муни, соответствующим нижнему пределу этого показателя для промышленного бромбутилкаучука, но с большей склонностью к подвулканизации.

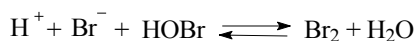
#### ГАЛОГЕНИРОВАНИЕ БУТИЛКАУЧУКА В ПРИСУТСТВИИ ОКИСЛИТЕЛЕЙ С ЦЕЛЮ ЭФФЕКТИВНОГО ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ГАЛОГЕНА

Для повышения эффективности использования галогенирующего агента галогенирование бутилкаучука проводят в присутствии соединений, окисляющих выделяющийся галогеноводород до молекулярного галогена. Возможность получения такого эффекта была показана Д.Л. Коттлом [24] на примере бромирования бутилкаучука в углеводородной среде смесью водных растворов бромистоводородной кислоты и перекиси водорода. Но из-за значительного избытка бромистоводородной кислоты по отношению к неперделным звеньям

каучука (от 36 до 150 %) эффективность использования галогенирующего агента не превышала 60 %, т. е. была немногим выше, чем в традиционном процессе галогенирования бутилкаучука бромом или хлором (обычно не более 45 %).

Преимуществом применения пероксида водорода в качестве окислителя бромистого водорода является отсутствие других продуктов его восстановления кроме воды. Вместе с тем пероксид водорода относится к сильным окислителям, он способен взаимодействовать с макромолекулами каучука с образованием функциональных групп, в частности карбонильных. Наличие в структуре кислородсодержащих групп, в свою очередь, может приводить к снижению газонепроницаемости вулканизатов на основе получаемого бромбутилкаучука, что ухудшает их потребительские свойства. Для предотвращения окисления каучука и достижения высокой эффективности использования брома было предложено взаимодействие бутилкаучука с бромом проводить в присутствии более слабых окислителей выделяющегося бромистого водорода, таких как гипохлориты щелочных и щелочноземельных металлов, в частности гипохлорита натрия [25]. Это позволило повысить эффективность использования брома до 79 % при отсутствии присоединения кислорода и хлора к полимерной цепи.

Согласно [26], бромирование бутилкаучука в присутствии гипохлорита натрия включает 4 этапа: взаимодействие брома с изопренильными звеньями бутилкаучука, переход бромистого водорода из органической фазы в водную, взаимодействие бромистого водорода с гипохлоритом натрия в водной фазе и переход брома из водной в органическую фазу. Лимитирующей является реакция, протекающая на первом этапе. Межфазным переходам благоприятствует лучшее распределение бромистого водорода в водной фазе и брома в органической фазе. Тем не менее для обеспечения высокой скорости межфазных переходов необходимо хорошее диспергирование воды в органической фазе. На третьем этапе при значении pH менее 9 происходит быстрое окисление бромид-иона с образованием бромноватистой кислоты, сопровождающееся образованием брома в результате смещения вправо равновесия:



Отмечено, что при значении pH водной фазы менее 4 возможно образование хлора в результате взаимодействия хлорид-ионов с хлорноватистой кислотой, но в условиях проведения бромирования протекание этой побочной реакции можно исключить, так как в продукте бромирования наличие хлора не было определено.

С целью уменьшения влияния на эффективность использования брома процессов диффузии бромистого водорода из углеводородной фазы в водную и образующегося *in situ* брома в противоположном направлении Н.Ф. Ньюэном [27] было предложено использовать окисляющий агент (в частности, перекись водорода) не просто в виде водного раствора, а в виде предварительно приготовленной эмульсии его в углеводородном растворителе. В этом случае степень использования брома была повышена до 84 %. Следует отметить, что приме-

нение окислителя в составе эмульсии типа «вода в масле» требует введения дополнительного компонента – эмульгатора, что может приводить к ухудшению разделения фаз на последующих стадиях нейтрализации и отмывки.

При использовании в качестве окислителя гипохлорита натрия скорость реакции ниже, чем в случае пероксида водорода, и более длительное воздействие бромистого водорода может приводить к гидробромированию непрореагировавших изопренильных звеньев, а также перегруппировке экзо-формы бромированных звеньев [26]. Для предотвращения этого предложено ускорение всего процесса бромирования бутилкаучука путем применения электрофильных растворителей или соразтворителей. Так, использование смеси гексана и дихлорметана в объемном соотношении 70:30 позволяет достигнуть практически полной конверсии брома при значительном сокращении продолжительности бромирования бутилкаучука и обеспечить высокую однородность структуры продукта реакции.

В качестве растворителей бутилкаучука, отличающихся более высоким значением диэлектрической проницаемости по сравнению с гексаном или тетрахлорметаном, сотрудниками кампании «Bayer» предложены этилбромид, пропилахлорид, *n*-бутилахлорид и монохлорбензол [28–32]. Их применение наряду с использованием слабых окислителей приводит к снижению дозировки брома, снижению расхода водного раствора щелочи на стадии нейтрализации, а также снижению уровня неопределенности исходного бутилкаучука вследствие более эффективного бромирования изопренильных звеньев.

Повышение полярности среды путем введения в раствор бутилкаучука в углеводородном растворителе до 15 % об. фторуглеводородов, в частности 1,1,1,2-тетрафторэтана или 1,1,1,3,3-пентафторпропана, также позволяет повысить конверсию брома и его содержание в каучуке, т. е. эффективность бромирования [33].

Согласно [34], полученные авторами [26; 28–32] результаты показывают, что бромирование бутилкаучука в присутствии электрофильных растворителей и окисляющих агентов относится к быстрым реакциям, и на такие процессы оказывает влияние микроперемешивание. Традиционно используемые в промышленности аппараты с мешалкой характеризуются низкой эффективностью микроперемешивания, что ограничивает скорость реакции бромирования. По мнению авторов [34], такие процессы желателно проводить в реакторах, обеспечивающих высокую интенсивность и эффективность микроперемешивания, в частности в роторно-пленочных аппаратах, в которых под действием центробежных сил поток жидкости ускоряется, расщепляется на мелкие капли, струи и образует тонкие пленки. В результате происходит значительная интенсификация микроперемешивания и массообмена.

Авторами [34] было проведено исследование влияния на процесс бромирования бутилкаучука в роторно-пленочном реакторе ряда технологических параметров, таких как продолжительность реакции, объемная доля электрофильного компонента (дихлорметана) в растворителе, дозировка брома, дозировка окислителя (гипохлорита натрия), температура и центробежный фактор. Целью исследования являлось определение условий

проведения технологического процесса производства бромбутилкаучука с высоким содержанием брома и двойных связей.

Было установлено, что возможна значительная интенсификация процесса бромирования бутилкаучука при его проведении в роторно-пленочном реакторе, и продолжительность реакции получения бромбутилкаучука высокого качества может быть снижена до 1÷2 минут. Скорость реакции бромирования можно регулировать изменением содержания дихлорметана в смеси с гексаном, а содержание брома и двойных связей в получаемом продукте – изменением дозировок гипохлорита натрия, брома и центробежного фактора. Оптимальными условиями проведения процесса получения бромбутилкаучука с содержанием брома 1,84÷1,92 % масс. и неопределенностью не менее 1,54 % мол. являются продолжительность реакции 1÷2 минуты, содержание дихлорметана в смешанном растворителе 30÷50 % об., начальная концентрация брома 10÷11 ммоль/л, соотношение дозировок гипохлорита натрия и брома 2÷4 моль/моль, центробежный фактор 68÷80 g. Изменение температуры в интервале 20÷50 °C не влияет на значения показателей получаемого бромбутилкаучука. Сделан вывод о возможности применения процесса бромирования в роторно-пленочном реакторе в промышленном производстве бромбутилкаучука.

Вместе с тем данная технология сохраняет в качестве отдельной стадии получение брома и его очистку. С целью повышения экономичности и экологичности процесса представляет интерес развитие технологии в направлении совмещения стадий образования галогена и утилизации выделяющегося при бромировании бутилкаучука галогеноводорода.

Авторами [35–38] разработаны технологические процессы производства бромбутилкаучука окислительным бромированием бутилкаучука с применением в качестве бромирующих агентов комбинаций бромид натрия – *трет*-бутилгипохлорит и бромид натрия – гипохлорит натрия – фосфорная кислота, преимуществом которых является возможность исключения существующих в традиционной технологии синтеза бромбутилкаучука стадий получения брома и его рекуперации из водных стоков, сокращение расхода бромирующего агента.

### ГАЛОГЕНИРОВАНИЕ БУТИЛКАУЧУКА ВОДНЫМИ РАСТВОРАМИ ГАЛОГЕНОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКИМ СПОСОБОМ

В работах [39; 40] была проведена проверка принципиальной возможности совмещения электрохимического получения галогена с галогенированием каучука в реакционном пространстве электролизера. Катодное и анодное пространства разделялись между собой диафрагмой, в результате чего водород, выделявшийся в процессе электролиза на катоде, не контактировал с раствором каучука. Электрохимически выделенный из водного раствора галогенида металла галоген или барботировал через раствор бутилкаучука (в случае хлора), или выделялся в водном растворе (в случае брома).

Серные и цинкоксидные вулканизаты галобутилкаучуков, полученных таким образом, не уступали по своим физико-механическим показателям аналогичным вулканизатам промышленных образцов галобутилкаучуков.

Однако, несмотря на все преимущества данного метода, трудность его реализации была связана с использованием относительно больших количеств растворителя бутилкаучука по сравнению с объемом водной фазы, так как для проведения процесса галогенирования с достаточной скоростью режим в реакторе должен быть турбулентным для увеличения поверхности раздела органической и водной фаз, на которой идет реакция галогенирования. В условиях проведения эксперимента не удалось получить мелкодисперсную эмульсию органической фазы в водной среде. Введение эмульгатора не решало данной проблемы из-за окисления эмульгатора галогеном.

Изменение соотношения полимер – растворитель до 1:0,3 также не позволило улучшить процесс галогенирования, поскольку в этих условиях он сопровождался деструкцией, а полученный полимер после его вулканизации по стандартному рецепту с использованием в качестве вулканизирующего агента оксида цинка уступал по физико-механическим свойствам стандартному образцу [40].

Данную проблему удалось решить путем разделения процессов электрохимического получения галогена и галогенирования бутилкаучука при проведении их в различных аппаратах. Специалистами ОАО «СИБУР Холдинг» разработаны технологические процессы производства бром- и хлорбутилкаучука, в основу которых положено использование для галогенирования водных растворов галогенов, получаемых электрохимическим способом [41–44]. Прямое получение брома электрохимическим способом позволяет исключить стадию производства окислителя, используемого при получении брома методом химического окисления бромидсодержащих растворов, что должно привести к снижению капитальных и операционных затрат и, как следствие, к повышению экономической эффективности производства бромбутилкаучука. Преимуществом процесса хлорирования бутилкаучука с применением водного раствора хлора, получаемого электрохимическим способом с использованием конструктивных решений для станций обеззараживания воды, является снижение экологических рисков в результате исключения необходимости в установке приема, хранения и подачи хлора.

### ВЫВОДЫ

1. Промышленное производство галобутилкаучуков с использованием твердофазного галогенирования бутилкаучука не реализовано в связи с трудностями получения кондиционного продукта, связанными с ростом температуры в процессе смешения реагентов в экструдере; снижение температуры влечет за собой ухудшение условий протекания реакции и получения однородного продукта.

2. Осуществление бромирования бутилкаучука в присутствии электрофильных растворителей (соразтворителей) и окисляющих агентов позволяет достигнуть практически полной конверсии брома при значительном сокращении продолжительности бромирования бутилкаучука и обеспечить высокую однородность структуры продукта реакции. Вместе с тем при этом сохраняется в качестве отдельной стадии получение брома и его очистка.

3. Для повышения экономической эффективности технологии и снижения экологических рисков при ее

реализации в промышленном масштабе целесообразно применение галогенирующих агентов, образующихся *in situ* или непосредственно в технологической цепочке, при исключении стадий их выделения и очистки и совмещении стадий образования галогена и утилизации выделяющегося галогеноводорода. Наиболее оптимально применение с этой целью электрохимического получения галогенов в виде их водных растворов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Щербань Г.Т., Лемаев Н.В., Шияпов Р.Т., Софронова О.В., Иштеряков А.Д., Шамсутдинов В.Г. Способ получения галоидированного бутилкаучука: патент РФ № 2177952, 2002.
- Crawford R.A., Morrissey R.T. Isoolefin polyolefin interpolymer derivatives and compositions comprising the same: patent US № 2631984, 1953.
- Hallenbeck V.L. Novel method for preparing rubbery chlorinated isoolefin-polyolefin interpolymer derivatives: patent US № 2804448, 1957.
- Morrissey R.T. Method for preparing brominated isoolefin-polyolefin interpolymer derivatives: patent US № 2816098, 1957.
- Tegge B.R., Baldwin F.P., Serniuk G.E. Halogenation of rubbery copolymers: patent US № 2994690, 1961.
- Шмарлин В.С., Бугров В.П., Тимофеева Л.С., Прокофьев Я.Н. Синтез, свойства и применение модифицированных бутилкаучуков. М.: ЦНИИТЭнефтехим, 1973. 81 с.
- Newman N.F., Kowalski R.C. Process for the manufacture of halogenated elastomers: patent US № 4384072, 1983.
- Process for the manufacture of halogenated elastomers: patent US № 4486575, 1984.
- Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Erwin L. Process for the manufacture of halogenated elastomers: patent US № 4513116, 1985.
- Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Foroulis Z.A., Baldwin F.P. Process for the manufacture of halogenated elastomers: patent US № 4548995, 1985.
- Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Foroulis Z.A., Baldwin F.P. Process for the manufacture of halogenated elastomers: patent US № 4554326, 1985.
- Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Foroulis Z.A., Baldwin F.P. Extrusion process for the preparing improved brominated butyl rubber: patent US № 4563506, 1986.
- Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Foroulis Z.A., Baldwin F.P. Process for the manufacture of halogenated polymers: patent US № 4650832, 1987.
- Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Erwin L. Improved process for the manufacture of halogenated polymers: eur. pat. № 0124279, 1990.
- Garden I.J., Fusco J.V., Newman N.F., Kowalski R.C., Davis W.M. Acid scavenged polymer halogenation: patent US № 5087674, 1992.
- Gardner I.J., Fusco J.V., Newman N.F., Kowalski R.C., Davis W.M., Baldwin F.P., Daha Az. Halogenated butyl rubber: patent US № 4632963, 1986.
- Gardner I.J., Fusco J.V., Newman N.F., Kowalski R.C., Davis W.M., Baldwin F.P., Daha Az. Halogenated butyl rubber: patent US № 4703091, 1987.
- Gardner I.J., Fusco J.V., Baldwin F.P. Process for preparing improved halogenated butyl rubbers: patent US № 4634741, 1987.
- Gardner I.J., Fusco J.V. Process for the producing brominated butyl rubber high in primary allylic bromine: patent US № 4649178, 1987.
- Gardner I.J., Fusco J.V., Baldwin F.P. Process for preparing improved halogenated butyl rubbers: patent US № 4681921, 1987.
- Dudzik Z., Judek P., Michalski M. Katalityczne bromowa nie kopolimeru izoprenizobutylenу w obecności zeolitu typu NaX // Polimery – tworzywielkoczastrzk. 1977. Vol. 22. № 8. P. 278–280.
- Максимов Д.А., Дорожкин В.П. Галогенирование полимеров: патент РФ № 2265613, 2005.
- Максимов Д.А., Новикова А.С., Каюмова М.А., Лемпорт П.С. Способ галогенирования бутилкаучука: патент РФ № 2468038, 2012.
- Cottle D.L. Halogenation of low unsaturation rubbery polymers in the presence of oxidizing agent: patent US № 3018275, 1962.
- Baade W., Onigshofen H.K., Kaszas G. Process for the bromination of alkyl rubbers: patent US № 5569723, 1996.
- Kaszas G. Bromination of butyl rubber in the presence of electrophilic solvents and oxidizing agents // Rubber Chemistry and Technology. 2000. Vol. 73. № 2. P. 356–365.
- Newman N.F. Process for halogenating isomonoolefin copolymers: patent US № 5681901, 1997.
- Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Improved polymer bromination process: Eur. patent № 0803517 A1, 1997.
- Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Polymer bromination process in solution: Eur. patent 0803518 A1, 1997.
- Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Polymer bromination process: patent US № 5883198, 1999.
- Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Polymer bromination process: patent US № 6204338, 2001.
- Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Polymer bromination process in solution: patent US № 6420489 B2, 2002.
- Чун Д.Й., Макдоналд М.Ф., Уэбб Р.Н., Хембри Р.Д. Способы галоидирования: патент РФ № 2422466, 2011.
- Wei Wang, Hai-Kui Zou, Guang-Wen Chu. Bromination of butyl rubber in rotating packed bed reactor // Chemical Engineering Journal. 2014. Vol. 240. P. 503–508.
- Орлов Ю.Н., Коршунов С.П., Кудрявцева Н.А., Писарева В.С., Батаева Л.П., Сире Е.М., Величко П.И. Способ получения бромбутилкаучука: патент РФ № 2180337, 2002.
- Григорук Ж.Г., Абрамова Н.В., Орлов Ю.Н. Бромирование бутилкаучука системой бромид натрия – трет-бутилгипохлорит // Высокомолекулярные соединения. Серия Б. 2009. Т. 51. № 12. С. 2205–2208.
- Орлов Ю.Н., Абрамова Н.В., Григорук Ж.Г., Илюшкина Н.Н. Способ получения бромбутилкаучука: патент РФ № 2415873, 2011.
- Григорук Ж.Г., Орлов Ю.Н., Леванова С.В., Абрамова Н.В. Окислительное бромирование изопренильных звеньев бутилкаучука системой бромид натрия –



- гипохлорит натрия – фосфорная кислота // Журнал прикладной химии. 2010. Т. 83. № 10. С. 1740–1742.
39. Хусаинова Р.М., Дорожкин В.П., Шияпов Р.Т., Хайруллин Р.В., Максимов Д.А. Способ получения галогенированных полимеров: патент РФ № 2217440, 2003.
  40. Максимов Д.А., Дорожкин В.П., Хусаинова Р.М. Нетрадиционные методы галогенирования бутилкаучука // Каучук и резина. 2004. № 3. С. 16–17.
  41. Осипов А.Л., Орлов Ю.Н., Абрамова Н.В., Григоруку Ж.Г., Пешехонова Г.И., Лебедева С.А. Способ получения бромбутилкаучука: патент РФ № 2497832, 2013.
  42. Орлов Ю.Н., Абрамова Н.В., Григоруку Ж.Г., Пешехонова Г.И., Лебедева С.А., Осипов А.Л. Технологические параметры гетерогенного процесса синтеза бромбутилкаучука // Промышленное производство и использование эластомеров. 2014. № 2. С. 13–21.
  43. Орлов Ю.Н., Абрамова Н.В., Фиалко А.В. Влияние соотношения водной и углеводородной фаз на процесс бромирования бутилкаучука // Каучук и резина. 2015. № 6. С. 8–11.
  44. Орлов Ю.Н., Абрамова Н.В., Готфрид С.А. Технологические параметры гетерогенного процесса синтеза хлорбутилкаучука // Промышленное производство и использование эластомеров. 2015. № 2. С. 3–9.
- REFERENCES**
1. Shcherban G.T., Lemaev N.V., Shiyapov R.T., Sofronova O.V., Ishteryakov A.D., Shamsutdinov V.G. *Sposob polucheniya galoidirovannogo butilkauchuka* [Method of producing halogenated butyl rubber], patent RF no. 2177952, 2002.
  2. Crawford R.A., Morrissey R.T. Isoolefin polyolefin interpolymer derivatives and compositions comprising the same, patent US no. 2631984, 1953.
  3. Hallenbeck V.L. Novel method for preparing rubbery chlorinated isoolefin-polyolefin interpolymer derivatives, patent US no. 2804448, 1957.
  4. Morrissey R.T. Method for preparing brominated isoolefin-polyolefin interpolymer derivatives, patent US no. 2816098, 1957.
  5. Tegge B.R., Baldwin F.P., Serniuk G.E. Halogenation of rubbery copolymers, patent US no. 2994690, 1961.
  6. Shmarlin V.S., Bugrov V.P., Timofeeva L.S., Prokofev Ya.N. *Sintez, svoystva i primeneniye modifitsirovannykh butilkauchukov* [Synthesis, properties and application of modified butyl rubbers]. Moscow, TsNIIEneftkhim Publ., 1973. 81 p.
  7. Newman N.F., Kowalski R.C. Process for the manufacture of halogenated elastomers, patent US no. 4384072, 1983.
  8. Process for the manufacture of halogenated elastomers, patent US no. 4486575, 1984.
  9. Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Erwin L. Process for the manufacture of halogenated elastomers, patent US no. 4513116, 1985.
  10. Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Foroulis Z.A., Baldwin F.P. Process for the manufacture of halogenated elastomers, patent US no. 4548995, 1985.
  11. Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Foroulis Z.A., Baldwin F.P. Process for the manufacture of halogenated elastomers, patent US no. 4554326, 1985.
  12. Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Foroulis Z.A., Baldwin F.P. Extrusion process for the preparing improved brominated butyl rubber, patent US no. 4563506, 1986.
  13. Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Foroulis Z.A., Baldwin F.P. Process for the manufacture of halogenated polymers, patent US no. 4650832, 1987.
  14. Kowalski R.C., Davis W.M., Newman N.F., Erwin L. Improved process for the manufacture of halogenated polymers, Eur. pat. no. 0124279, 1990.
  15. Garden I.J., Fusco J.V., Newman N.F., Kowalski R.C., Davis W.M. Acid scavenged polymer halogenation, patent US no. 5087674, 1992.
  16. Gardner I.J., Fusco J.V., Newman N.F., Kowalski R.C., Davis W.M., Baldwin F.P., Daha Az. Halogenated butyl rubber, patent US no. 4632963, 1986.
  17. Gardner I.J., Fusco J.V., Newman N.F., Kowalski R.C., Davis W.M., Baldwin F.P., Daha Az. Halogenated butyl rubber, patent US no. 4703091, 1987.
  18. Gardner I.J., Fusco J.V., Baldwin F.P. Process for preparing improved halogenated butyl rubbers, patent US no. 4634741, 1987.
  19. Gardner I.J., Fusco J.V. Process for the producing brominated butyl rubber high in primary allylic bromine, patent US no. 4649178, 1987.
  20. Gardner I.J., Fusco J.V., Baldwin F.P. Process for preparing improved halogenated butyl rubbers, patent US no. 4681921, 1987.
  21. Dudzik Z., Judek P., Michalski M. Catalytic bromination of isoprenesobutylene copolymer in the presence of NaX type zeolite. *Polimery – twor. wielkocząsteczk.* 1977, vol. 22, no. 8, pp. 278–280.
  22. Maksimov D.A., Dorozhkin V.P. *Galogenirovanie polimerov* [Halogenation of polymers], patent RF no. 2265613, 2005.
  23. Maksimov D.A., Novikova A.S., Kayumova M.A., Lempert P.S. *Sposob galogenirovaniya butilkauchuka* [Method of halogenation of butyl rubber], patent RF no. 2468038, 2012.
  24. Cottle D.L. Halogenation of low unsaturation rubbery polymers in the presence of oxidizing agent, patent US no. 3018275, 1962.
  25. Baade W., Onigshofen H.K., Kaszas G. Process for the bromination of alkyl rubbers, patent US no. 5569723, 1996.
  26. Kaszas G. Bromination of butyl rubber in the presence of electrophilic solvents and oxidizing agents. *Rubber Chemistry and Technology*, 2000, vol. 73, no. 2, pp. 356–365.
  27. Newman N.F. Process for halogenating isomonoolefin copolymers, patent US no. 5681901, 1997.
  28. Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Improved polymer bromination process, Eur. patent no. 0803517 A1, 1997.
  29. Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Polymer bromination process in solution, Eur. patent no. 0803518 A1, 1997.
  30. Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Polymer bromination process, patent US no. 5883198, 1999.
  31. Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Polymer bromination process, patent US no. 6204338, 2001.
  32. Kaszas G., Baade W., Konigshofen H. Polymer bromination process in solution, patent US no. 6420489 B2, 2002.

33. Chun D.Y., Makdonald M.F., Uebb R.N., Khembri R.D. *Sposoby galoidirovaniya* [Methods of halogenation], patent RF no. 2422466, 2011.
34. Wei Wang, Hai-Kui Zou, Guang-Wen Chu. Bromination of butyl rubber in rotating packed bed reactor. *Chemical Engineering Journal*, 2014, vol. 240, pp. 503–508.
35. Orlov Yu.N., Korshunov S.P., Kudryavtseva N.A., Pisareva V.S., Bataeva L.P., Sire E.M., Velichko P.I. *Sposob polucheniya brombutilkauchuka* [Method of producing brominated butyl rubber], patent RF no. 2180337, 2002.
36. Grigoruk Zh.G., Abramova N.V., Orlov Yu.N. Bromination of butyl rubber with a combination of sodium bromide – tert-butyl hypochlorite. *Vysokomolekulyarnye soedineniya. Seriya B*, 2009, vol. 51, no. 12, pp. 2205–2208.
37. Orlov Yu.N., Abramova N.V., Grigoruk Zh.G., Ilyushkina N.N. *Sposob polucheniya brombutilkauchuka* [Method of producing brominated butyl rubber], patent RF no. 2415873, 2011.
38. Grigoruk Zh.G., Orlov Yu.N., Levanova S.V., Abramova N.V. Oxidative bromination of isoprenyl units of butyl rubber by a combination of sodium bromide – sodium hypochlorite – phosphoric acid. *Zhurnal prikladnoy khimii*, 2010, vol. 83, no. 10, pp. 1740–1742.
39. Khusainova R.M., Dorozhkin V.P., Shiyapov R.T., Khayrullin R.V., Maksimov D.A. *Sposob polucheniya galogenirovannykh polimerov* [Method for preparing halogenated polymers], patent RF no. 2217440, 2003.
40. Maksimov D.A., Dorozhkin V.P., Khusainova R.M. Non-traditional halogenation methods for butyl rubber. *Kauchuk i rezina*, 2004, no. 3, pp. 16–17.
41. Osipov A.L., Orlov Yu.N., Abramova N.V., Grigoruk Zh.G., Peshekhonova G.I., Lebedeva S.A. *Sposob polucheniya brombutilkauchuka* [Method of producing brominated butyl rubber], patent RF no. 2497832, 2013.
42. Orlov Yu.N., Abramova N.V., Grigoruk Zh.G., Peshekhonova G.I., Lebedeva S.A., Osipov A.L. Technological parameters of a heterogeneous process of bromobutyl rubber synthesis. *Promyshlennoe proizvodstvo i ispolzovanie elastomerov*, 2014, no. 2, pp. 13–21.
43. Orlov Yu.N., Abramova N.V., Fialko A.V. Influence of the ratio of the aqueous and hydrocarbon phases on the butyl rubber bromination process. *Kauchuk i rezina*, 2015, no. 6, pp. 8–11.
44. Orlov Yu.N., Abramova N.V., Gotfrid S.A. Technological parameters of the heterogeneous process of chlorobutyl rubber synthesis. *Promyshlennoe proizvodstvo i ispolzovanie elastomerov*, 2015, no. 2, pp. 3–9.

**THE TECHNOLOGIES OF HALOBUTYL RUBBER PRODUCTION.  
PART 2. ALTERNATIVE TECHNOLOGIES OF BUTYL RUBBER HALOGENATION**

© 2017

**Yu.N. Orlov**, PhD (Chemistry), assistant professor of Chair “Chemistry, chemical processes and technologies”

**G.I. Ostapenko**, Doctor of Sciences (Chemistry), Professor,  
Head of Chair “Chemistry, chemical processes and technologies”  
*Togliatti State University, Togliatti (Russia)*

*Keywords:* halobutyl rubber; butyl rubber halogenation; oxidative bromination; electrochemical preparation of halogen.

*Abstract:* The review is aimed at the consideration of possibilities to improve current technology of the large-scale halobutyl rubbers production, to increase economic efficiency and to mitigate the environmental risks when implementing it on a commercial scale. The review presents the scientific-technical results of the development of halogenating butyl rubber alternative technologies. The author considered the directions for the development of the technology of halobutyl rubber production through the butyl rubber solid phase halogenation, butyl rubber bromination using the oxidizing agents and electrophilic solvents, and the application of electrochemically produced halogen aqueous solutions as the halogenating agents. The paper shows the possibilities of increasing the process efficiency during the solid-phase halogenation of butyl rubber by eliminating the solvent treatment cycle from the process chain. The author mentioned the disadvantages peculiar for this butyl rubber halogenation technology associated with temperature increase when mixing a polymer with a halogenating agent: a considerable drop in the Mooney viscosity index and the isomerization of units with the exo-methylene group, which results in the accelerated rubber vulcanization and time decrease before the vulcanization starts (scorching).

The author discusses the application of oxidizing agents and electrophilic solvents for the bromination of butyl rubber that allows achieving almost complete conversion of bromine at the significant reduction of the process duration and ensuring high homogeneity of the reaction product structure. Special attention is paid to the process of butyl rubber bromination in a rotor-film reactor. However, the combination of halogen formation steps and the evolved halogen hydride utilization possible when using the electrochemical production of halogens in the form of their aqueous solutions is considered the most optimal.

**ВЛИЯНИЕ РАЗЛИЧНЫХ РЕЖИМОВ ПОСЛЕСВАРОЧНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНУЮ И МЕХАНИЧЕСКУЮ НЕОДНОРОДНОСТЬ СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СРЕДНЕЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ, ВЫПОЛНЕННЫХ РОТАЦИОННОЙ СВАРКОЙ ТРЕНИЕМ**

© 2017

**Е.Ю. Приймак**, кандидат технических наук,  
доцент кафедры материаловедения и технологии материалов  
*Оренбургский государственный университет, Оренбург (Россия)*  
**А.В. Степанчукова**, аспирант,  
инженер-металловед лаборатории «Материаловедение и термическая обработка»  
*ОАО «Завод бурового оборудования», Оренбург (Россия)*  
**Н.Ю. Трякина**, кандидат технических наук, инженер 1-й категории  
*ООО «Газпром трансгаз Екатеринбург», Екатеринбург (Россия)*  
**А.П. Фот**, доктор технических наук, главный ученый секретарь  
**А.С. Атамашкин**, аспирант  
*Оренбургский государственный университет, Оренбург (Россия)*

**Ключевые слова:** ротационная сварка трением; микроструктура; механическая неоднородность; механические свойства; сталь 30ХГСА; сталь 40ХН2МА.

**Аннотация:** Ротационная сварка трением является одной из перспективных технологий создания высококачественных сварных соединений, которая широко используется в трубной промышленности при производстве буровых труб широкой номенклатуры из среднеуглеродистых легированных сталей. Несмотря на длительное применение данного способа предприятиями России, производящими данный вид продукции, в научной литературе мало опубликованных данных, направленных на подробное изучение структурной и механической неоднородности подобных соединений, в том числе после различных режимов их термической обработки.

В работе произведена оценка структурной и механической неоднородности сварного соединения из сталей 30ХГСА-40ХН2МА, апробируемых для производства геологоразведочных буровых труб, в исходном состоянии и после реализации различных температурно-временных режимов индукционного отжига. Приведены результаты измерения твердости в различных зонах сварного соединения, представлены результаты испытаний на разрыв и ударную вязкость.

В ходе выполнения исследований выявлены особенности фазовых превращений, происходящих в свариваемых материалах в зависимости от температурно-временных факторов, которые повлияли на степень механической неоднородности зоны отжига и уровень механических свойств, включая характер разрушения при ударе. Показано, что механические свойства сварного соединения сталей 30ХГСА-40ХН2МА при испытании на разрыв в целом определяются свойствами зоны термомеханического влияния стали 30ХГСА как наименее прочного участка, в котором локализуется деформация и происходит разрушение. Выявлено образование закалочных структур при индукционном отжиге со стороны стали 40ХН2МА, влияющих на склонность к хрупкому разрушению зоны сварного стыка. Рекомендованы оптимальные режимы термической обработки данного сочетания сварного соединения с позиции равнопрочности и надежности конструкции.

## ВВЕДЕНИЕ

Ротационная сварка трением – это твердофазный процесс, где выделяемое в результате трения тепло используется для получения высококачественного сварного соединения одинаковых или разнородных металлов. Строго локализованное тепловыделение в приповерхностных слоях деталей при таком виде сварки является главной особенностью этого процесса, предопределяющей его энергетические и технологические преимущества, к которым в первую очередь относят высокую производительность [1–3]. Данный способ нашел свое широкое применение при производстве нефтяных и геологоразведочных буровых труб с приварными замками [4; 5].

Однако в процессе сварки трением происходит разогрев металла до температур, превышающих критические, что приводит к изменениям в структуре свариваемых материалов в зонах, подверженных нагреву [3]. В связи с этим сварные соединения, выполненные сваркой трением, характеризуются структурной и механической неоднородностью в зоне термомеханического

влияния (ЗТМВ) и возникновением напряжений, которые возможно устранить последующей термической обработкой [6–8]. Этой проблеме применительно к сварным соединениям труб нефтяного сортамента посвящены работы [9; 10]. Однако необходимо отметить, что конструктивными особенностями современных геологоразведочных труб является гладкоствольность наружной и внутренней поверхности (отсутствие высадки) [11; 12], поэтому зона сварного шва в данном случае является одним из наиболее уязвимых элементов буровой трубы. В связи с этим основными задачами термической обработки являются устранение структурной и механической неоднородности сварных элементов [13–15] и по возможности обеспечение уровня механических свойств, не уступающих основному металлу трубной заготовки.

Цель работы – исследование влияния температурно-временных режимов послесварочной локальной термической обработки на структуру, свойства и механическую неоднородность сварных соединений среднелегированных сталей, апробируемых для производства

геологоразведочных бурильных труб, с выявлением оптимальных режимов, обеспечивающих высокий комплекс механических свойств, в том числе при ударных нагрузках.

### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала замкового соединения при производстве геологоразведочных бурильных труб диаметром 70 мм и толщиной стенки 5 мм на предприятии ОАО «Завод бурового оборудования» применяется сталь 40ХН2МА, а в качестве материала трубной заготовки впервые апробируется сталь 30ХГСА. Химический состав привариваемых материалов представлен в таблице 1. Обе стали подвергаются объемной термической обработке по режиму закалки и высокого отпуска [16] с получением уровня механических свойств, указанных в таблице 2.

Сварка трением трубных заготовок из исследуемых сталей с целью изготовления экспериментальных образцов осуществлялась в производственных условиях на машине для сварки трением Thompson-60 при частоте вращения заготовок  $n=1000$  об/мин и удельном давлении  $P$ , равном от 10 до 20 кгс/мм<sup>2</sup>. В процессе трения осуществлялся разогрев заготовок до пластического состояния и схватывание привариваемых частей под давлением с образованием металлических связей.

Индукционный отжиг сварных соединений осуществлялся в производственных условиях на установке индукционного нагрева «ЭЛСИТ-100» непосредственно на трубных заготовках, из которых впоследствии были вырезаны стандартные образцы для механических испытаний и металлографических исследований.

Были исследованы следующие режимы термической обработки: температура отжига 700 °С без выдержки, выдержка 10 с, выдержка 20 с; температура отжига 750 °С без выдержки, выдержка 10 с; температура отжига 800 °С без выдержки.

Температура отжига 700 °С, находящаяся ниже температур фазовой перекристаллизации (для стали 40ХН2МА  $A_{c1}=730$  °С [16]), была выбрана из соображений проведения высокого отпуска ЗТМВ сварных соединений и оценки влияния времени выдержки на распад закалочных структур, сформированных при сварке. Температуры отжига 750 и 800 °С соответствовали температурам межкритического температурного интервала исследуемых сталей и их частичной перекристаллизации.

Металлографический анализ, определение твердости и механических свойств осуществлялись по стандартным методикам [17; 18]. В образцах на определение ударной вязкости концентратор напряжения наносился непосредственно в зоне стыка.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

*Оценка структуры и механической неоднородности сварных соединений после сварки трением*

Рассмотрим структурные изменения, произошедшие в металле свариваемых материалов в процессе сварки трением. В ходе травления продольного микрошлифа была выявлена зона термомеханического влияния (ЗТМВ), имеющая более темный цвет (рис. 1). Со стороны стали 30ХГСА протяженность этой зоны составила в среднем около 3 мм, а со стороны стали 40ХН2МА – около 4 мм,

Таблица 1. Химический состав исследуемых сталей (в % по масс.)

Марка стали	C	Si	Mn	Cr	S	P	Mo	Ni	Cu
40ХН2МА	0,39	0,22	0,65	0,69	0,013	0,009	0,17	1,29	–
30ХГСА	0,30	0,99	0,87	0,89	0,005	0,011	–	–	0,01

Таблица 2. Механические свойства исследуемых сталей в состоянии перед сваркой

Марка стали	HRC	Предел текучести $\sigma_{0,2}$ , МПа	Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	Относительное удлинение $\delta_5$ , %	КСУ, Дж/см <sup>2</sup>
40ХН2МА	32–36	916–999	1060–1089	10–12	95–110
30ХГСА	29–32	852–886	956–989	15,5–16	115–128

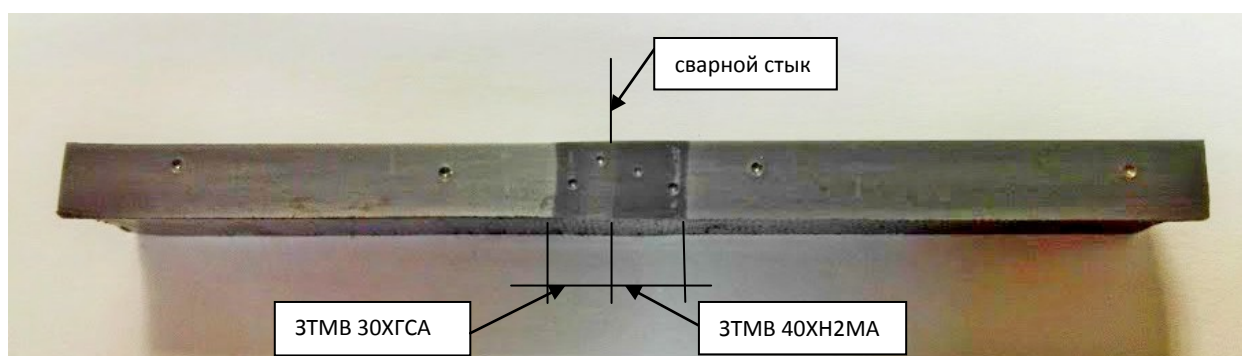


Рис. 1. Макроструктура сварного соединения сталей 30ХГСА-40ХН2МА после сварки трением

что, вероятно, обусловлено более высокой прокаливаемостью стали 40ХН2МА за счет дополнительного легирования никелем. Ввиду этого тепло, образованное в процессе сварки, отводилось на большую глубину в более легированной стали.

В ЗТМВ сварных соединений наблюдается выраженная металлографическая текстура, ориентированная по направлению деформационного течения материала, что, очевидно, связано с термомеханическим влиянием сварки трением.

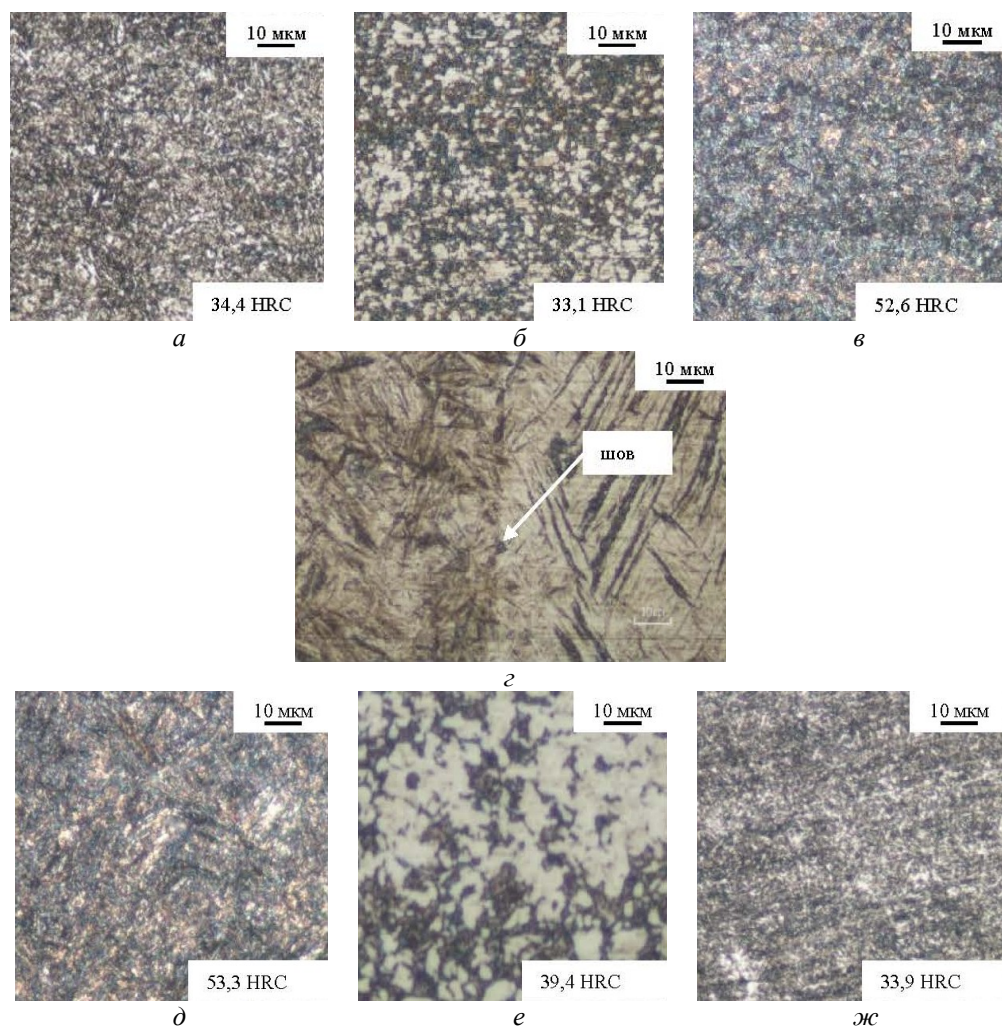
При металлографическом исследовании микрошлифа (рис. 2) в ЗТМВ свариваемых материалов было выявлено образование закалочных структур мартенсита, имеющего грубую текстуру и игольчатость (рис. 2 в, 2 г, 2 д). В данной зоне твердость стали 40ХН2МА за счет фазовых превращений повысилась до 54 HRC, а стали 30ХГСА – до 52,6 HRC. Образование закалочных структур в ЗТМВ обеих сталей связано с их локальным разогревом до температур выше температуры их полиморфного превращения и дальнейшим ускоренным охлаждением за счет реализации быстрого теплообмена между узкой, нагретой в процессе трения зо-

ной, и прилегающими областями металла с комнатной температурой.

В переходной зоне к основному металлу значения твердости микроструктуры понижаются за счет ее неполной перекристаллизации при снижении температуры. В этой зоне прослеживаются следы образования закалочной структуры мартенсита в виде светлых не-травящихся частиц (рис. 2 б, 2 е).

Далее следует основной металл, структура которого однородна и соответствует продуктам распада мартенсита закалки – мелкодисперсной феррито-цементитной смеси (рис. 2 а, 2 ж).

Таким образом, в процессе образования сварного соединения сталей 30ХГСА-40ХН2МА при сварке трением происходит разогрев металла до температур, превышающих критические, и образование закалочных структур с повышенной твердостью в зоне термомеханического влияния. Такие фазовые превращения способствуют механической неоднородности зоны соединения и возникновению остаточных напряжений, которые необходимо устранить последующей термической обработкой [6; 7].



**Рис. 2.** Микроструктура различных зон сварного соединения сталей 30ХГСА-40ХН2МА после сварки трением: а – основной металл стали 30ХГСА; б – переходная зона к основному металлу стали 30ХГСА; в – ЗТМВ, сталь 30ХГСА; г – шов (слева 30ХГСА); д – ЗТМВ, сталь 40ХН2МА; е – переходная зона к основному металлу стали 40ХН2МА; ж – основной металл стали 40ХН2МА

*Оценка структуры и механической неоднородности сварных соединений после различных режимов термической обработки*

Индукционный нагрев обуславливает возникновение зоны отжига в месте осуществления термической обработки протяженностью, соответствующей ширине индуктора [8], т. е. в процессе местной термической обработки сварного соединения происходил нагрев не только зон термомеханического влияния со стороны каждой стали, но и части основного металла. В связи с этим представляется важной оценка структурных изменений, происходящих при термической обработке, во всех зонах, подвергающихся нагреву.

Рассмотрим структурные изменения, произошедшие в различных зонах сварных соединений после реализации различных режимов термической обработки. Металлографический анализ (рис. 3) показывает, что отжиг при температуре 700 °С способствовал распаду закалочных структур в ЗТМВ со стороны каждой стали с понижением уровня твердости до 35,6 HRC в стали 40ХН2МА (рис. 3 д) и до 31,5 HRC в стали 30ХГСА (рис. 3 в).

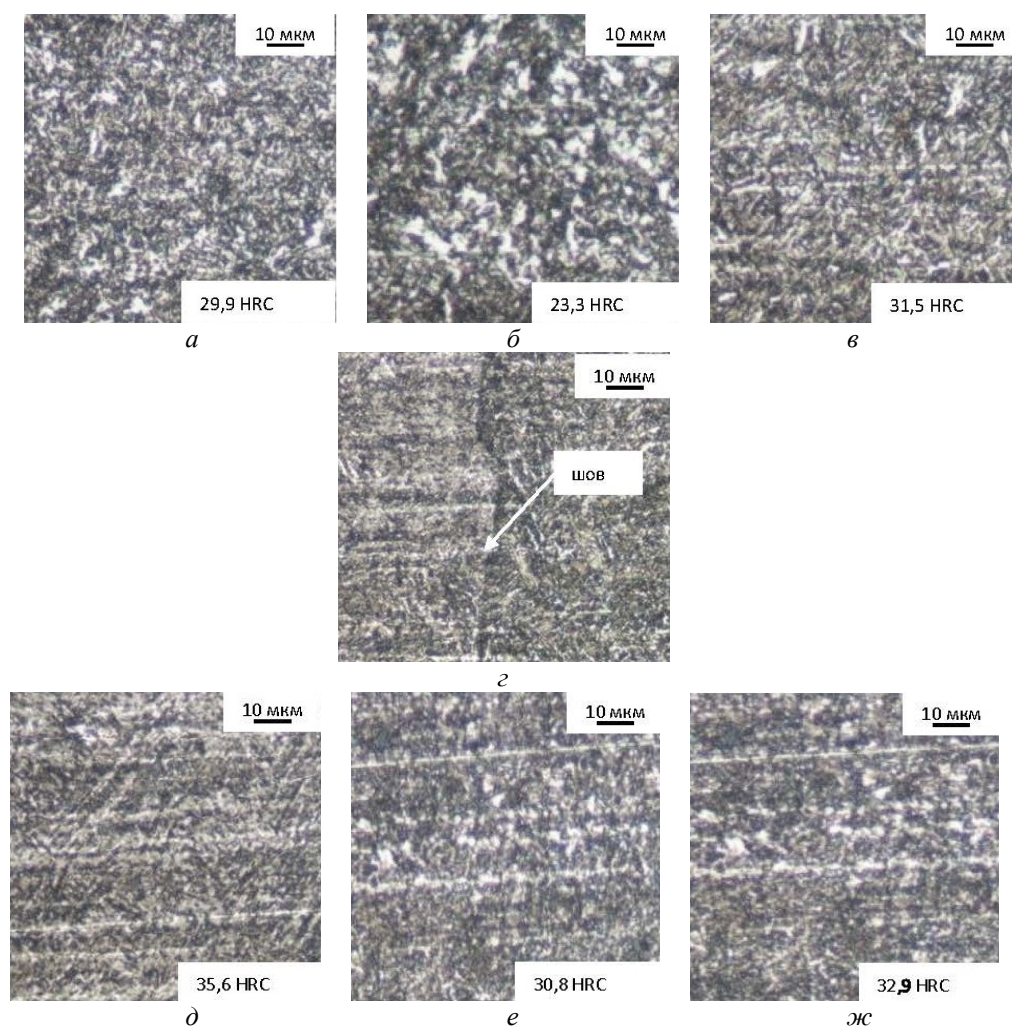
Можно отметить, что в стали 40ХН2МА характерная для мартенсита реечная структура  $\alpha$ -фазы сохра-

няется вплоть до 20 секунд выдержки (рис. 3 г, 3 д) в связи с тем, что легирующие элементы тормозят процессы возврата и рекристаллизации  $\alpha$ -матрицы при нагреве [19].

В стали 30ХГСА рекристаллизационные процессы выражены более интенсивно. Следы мартенситоподобной структуры сохраняются до 10 секунд выдержки, после чего начинается рекристаллизация  $\alpha$ -матрицы, и зерна феррита приобретают равноосную форму (рис 3 в, 3 г).

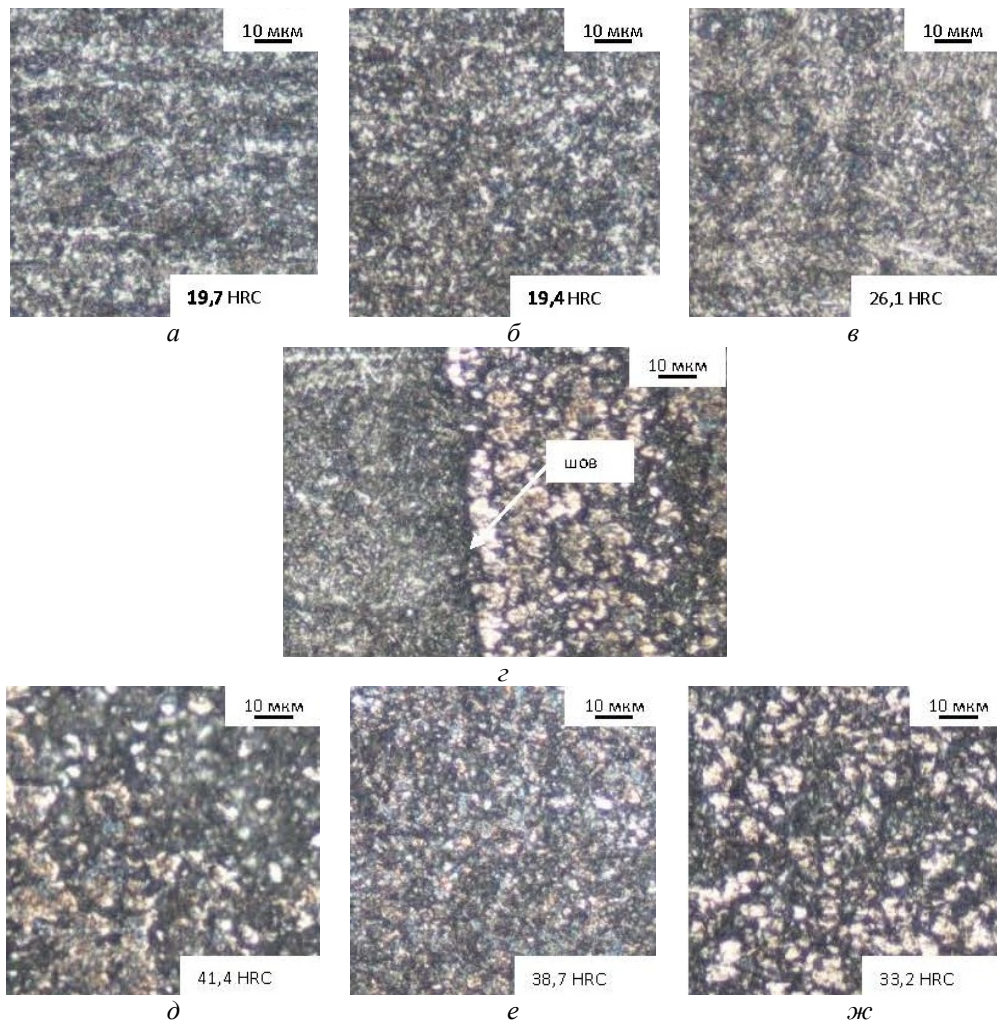
Структура основного металла со стороны обеих сталей в зоне индукционного нагрева изменений практически не претерпевает (рис. 3 а, 3 ж).

С повышением температуры отжига до 750 °С (рис. 4) со стороны стали 40ХН2МА в зоне нагрева видны следы перекристаллизации (рис. 4 е, 4 ж), сопровождающейся повышением интегральной твердости до 41,4 HRC. Это обстоятельство указывает на то, что данная сталь подверглась закалке из межкритического интервала температур. При таком нагреве формируется двухфазная структура феррита, сохранившего ориентированность мартенситной структуры, и аустенита, который при последующем охлаждении претерпевает превращение в мартенсит.



**Рис. 3.** Микроструктура различных зон сварного соединения сталей 30ХГСА-40ХН2МА после отжига при 700 °С с выдержкой 20 секунд:

а – зона индукционного нагрева стали 30ХГСА; б – переходная зона к основному металлу стали 30ХГСА; в – ЗТМВ, сталь 30ХГСА; г – шов (слева 30ХГСА); д – ЗТМВ, сталь 40ХН2МА; е – переходная зона к основному металлу стали 40ХН2МА; ж – зона индукционного нагрева стали 40ХН2МА



**Рис. 4.** Микроструктура различных зон сварного соединения сталей 30XГСА-40ХН2МА после отжига при 750 °С с выдержкой 10 секунд:

*а* – зона индукционного нагрева стали 30XГСА; *б* – переходная зона к основному металлу стали 30XГСА; *в* – 3ТМВ, сталь 30XГСА; *г* – шов (слева 30XГСА); *д* – 3ТМВ, сталь 40ХН2МА; *е* – переходная зона к основному металлу стали 40ХН2МА; *ж* – зона индукционного нагрева стали 40ХН2МА

В процессе выдержки в межкритическом интервале при температуре, соответствующей 750 °С для стали 40ХН2МА, происходит дополнительное повышение твердости, что связано с обогащением аустенита углеродом и увеличением его устойчивости при охлаждении в температурном интервале диффузионного превращения, что облегчает осуществление закалки [19].

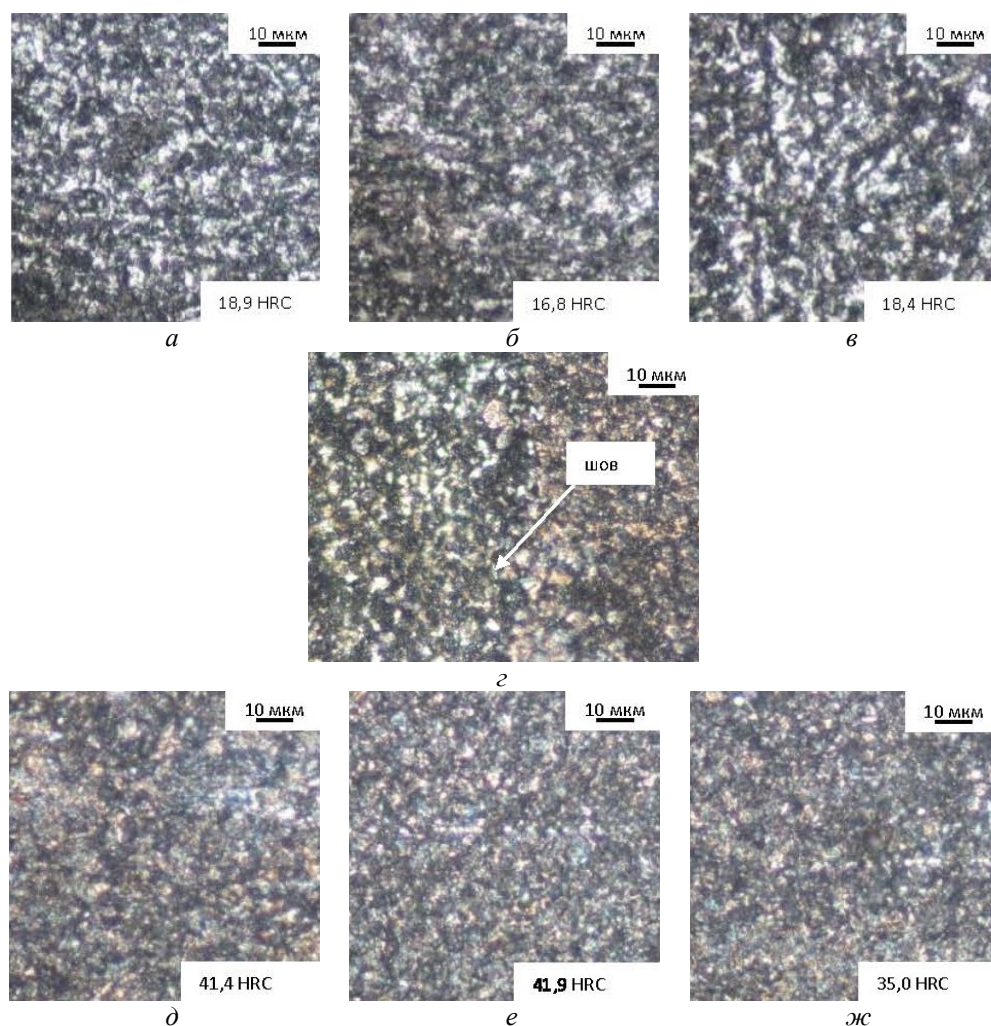
В стали 30XГСА при температуре отжига 750 °С происходит отпуск закаленной структуры, сформированной при сварке трением, так как следов перекристаллизации в структуре не обнаруживается. Процессы возврата и рекристаллизации ферритной матрицы способствовали исчезновению следов мартенситоподобной структуры в 3ТМВ и понижению твердости до значений 26,1 HRC (рис. 4 в, 4 г). В переходной зоне к основному металлу структура стали менее однородна (рис. 4 б), что связано с неполной закалкой в данной зоне в процессе сварки и, как следствие, неоднородностью распределения углерода в аустените при последующем отпуске [19]. Значения твердости в данной зоне понизились до 19,4 HRC.

В структуре основного металла стали 30XГСА, подвергшейся нагреву, видны изменения, связанные со структурной наследственностью стали, полученной

в ходе получения трубной заготовки горячей прокаткой. Отмечается появление полосчатости и снижение твердости до 19,7 HRC (рис. 4 а). Таким образом, на данном участке соединения произошел «доотпуск» структуры основного металла, сформированной предшествующей термической обработкой, который сопровождался дополнительным разупрочнением.

Повышение температуры отжига до 800 °С усиливает различие в фазовых превращениях, происходящих в свариваемых материалах (рис. 5). Со стороны стали 40ХН2МА процесс закалки структуры в зоне нагрева интенсифицируется за счет увеличения скорости диффузии и дополнительного обогащения аустенита углеродом. Таким образом, структура в данной зоне имеет специфический характер и состоит из высокоуглеродистого мартенсита и прослоек мелкоигльчатого ориентированного феррита (рис. 5 г, 5 д, 5 е, 5 ж) [19]. Твердость структуры по сравнению с отжигом при температуре 750 °С существенно не изменилась (41,4–41,9 HRC), но при этом в структуре количество мартенситной фазы заметно увеличилось.

В стали 30XГСА при отжиге 800 °С произошла практически полная перекристаллизация структуры



**Рис 5.** Микроструктура различных зон сварного соединения сталей 30XГСА-40ХН2МА после отжига при 800 °С без выдержки: а – зона индукционного нагрева стали 30XГСА; б – переходная зона к основному металлу стали 30XГСА; в – 3ТМВ, сталь 30XГСА; з – шов (слева 30XГСА); д – 3ТМВ, сталь 40ХН2МА; е – переходная зона к основному металлу стали 40ХН2МА; ж – зона индукционного нагрева стали 40ХН2МА

с последующим диффузионным превращением аустенита и образованием структуры избыточного феррита и карбидов (рис. 5 а, 5 б, 5 в, 5 г). Образованная структура практически одинакова по всей зоне нагрева и имеет твердость в диапазоне от 16,8 до 18,9 HRC, что практически в 2 раза ниже твердости основного металла, находящейся в диапазоне от 29,1 до 35 HRC.

Таким образом, оценивая механическую неоднородность сварного соединения по значениям твердости в различных зонах, можно заключить, что увеличение температуры отжига свыше 700 °С способствует ее повышению в данном сочетании сталей, вызванному различием в характере фазовых превращений при термической обработке.

*Анализ механических свойств сварного соединения 30XГСА-40ХН2МА после реализации различных режимов отжига*

В таблице 3 представлены значения механических свойств сварных соединений, полученных при испытании на разрыв и ударную вязкость. Необходимо отметить, что разрушение сварного соединения во всех случаях происходило в 3ТМВ со стороны стали 30XГСА как наименее прочного металла. В связи с этим можно

предположить, что значения прочностных свойств сварного соединения в целом соответствуют структурному состоянию зон с пониженной твердостью, образованных в этой стали в ходе сварки и последующей термической обработки. С увеличением температуры и длительности выдержки индукционного отжига происходит закономерное снижение прочностных и увеличение пластических характеристик. Однако если проанализировать значения ударной вязкости, то становится очевидно, что высокие ее значения сосредоточены после реализации температурного режима 700 °С без выдержки и с выдержкой до 20 секунд. В исходном состоянии и после реализации остальных режимов значения ударной вязкости находятся в диапазоне от 48 до 56 Дж/см<sup>2</sup>. Макроанализ образованных в ходе испытаний изломов образцов показал их идентичность как в исходном состоянии, так и после отжига при 800 °С, т. е. они имели светлый цвет, являлись однородными, утяжка по краям разрушения практически отсутствовала [20]. После отжига при 750 °С наблюдались небольшие признаки пластической деформации в виде небольшой утяжки, практически исчезающие с выдержкой при данной температуре в течение 10 секунд. Однако после отжига



Таблица 3. Механические свойства сварного соединения сталей 30ХГСА-40ХН2МА до и после индукционного отжига

№	Режим отжига		$\sigma_{02}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta_5$ , %	КСУ, Дж/см <sup>2</sup>
	T, °C	время выдержки, с				
1	без отжига		920	1010	6,0	53
2	700	без выдержки	845	955	10,0	93
3	700	10	820	930	10,5	112
4	700	20	795	900	11,0	124
5	750	без выдержки	750	840	13,3	48
6	750	10	700	845	16,0	49
7	800	без выдержки	705	835	16,5	56

при 700 °C без выдержки и с выдержкой 20 секунд образованные изломы имели все признаки вязкого разрушения: темный матовый цвет, волокнистое строение и наличие деформационных следов пластической деформации [20].

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На основании проведенных исследований сварных соединений сталей 30ХГСА-40ХН2МА в исходном состоянии и после реализации различных температурно-временных режимов отжига можно сделать следующие выводы:

– исследуемые сварные соединения после сварки трением характеризуются структурной и механической неоднородностью, связанной с разогревом металла до температур, превышающих критические, и образованием закалочных структур с повышенной твердостью в зоне термомеханического влияния;

– температура индукционного отжига оказывает существенное влияние на изменение структуры различных зон: при температуре отжига 700 °C происходит распад закалочных структур в ЗТМВ свариваемых материалов; с дальнейшим увеличением температуры отжига происходит частичная перекристаллизация свариваемых сталей с образованием смешанной закалочной структуры в стали 40ХН2МА и структуры нормализации в стали 30ХГСА;

– анализ распределения твердости по сечению сварных соединений сталей 30ХГСА-40ХН2МА показал, что наименьшая неоднородность сварного соединения, оцениваемая по разнице значений твердости различных зон, наблюдается после отжига при температурном режиме 700 °C, при этом время выдержки оказывает незначительное влияние; наибольшая неоднородность соединения имеет место после реализации режима 800 °C без выдержки;

– анализ результатов испытаний сварных соединений на разрыв показал, что механические свойства соответствуют свойствам разупрочненных участков 30ХГСА, так как разрушение образцов происходит в зоне индукционного нагрева со стороны этой стали; при этом с увеличением температуры и длительности отжига прочностные характеристики понижаются, а пластические возрастают;

– оценка склонности к хрупкому разрушению ЗТМВ сваренных сталей показала, что там, где произошло образование закалочных структур при отжиге, а также в исходном состоянии после сварки, значения ударной

вязкости пониженные, а разрушение при ударе сопровождалось образованием хрупкого бездеформационного излома; в остальных случаях значения ударной вязкости соответствуют уровню основного металла свариваемых материалов и образованные при этом изломы вязкие, отличающиеся большей энергоемкостью и надежностью зоны соединения.

Таким образом, при выборе температурных режимов отжига сварных соединений необходимо учитывать возможность закалки свариваемых материалов на воздухе при данном сечении заготовки, что способствует повышению механической неоднородности зоны соединения и негативно сказывается на его работе в условиях ударного воздействия, несмотря на высокие механические свойства. Учитывая этот факт, для данного случая необходимо выбирать температуры отжига ниже температур полиморфного превращения сваренных сталей, которые будут способствовать отпуску закалочных структур, сформированных при сварке, и получению оптимального комплекса механических свойств соединения в целом. Для исследованного сочетания сталей 30ХГСА-40ХН2МА оптимальным режимом отжига следует считать температуру 700 °C с выдержкой в течение 10 секунд.

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ellis C.R.G. Recent Industrial developments in friction welding // *Welding Journal*. 1975. № 8. P. 582–589.
2. Лебедев В.К. Сварка трением. М.: Металлургия, 1987. 487 с.
3. Вилль В.И. Сварка металлов трением. Л.: Машиностроение. Ленингр. отделение, 1970. 176 с.
4. ГОСТ Р 50278–92. Трубы бурильные с приваренными замками. М.: Стандартинформ, 2010. 16 с.
5. ГОСТ Р 51245–99. Трубы бурильные стальные универсальные. М.: ГОССТАНДАРТ России, 1999. 11 с.
6. Земзин В.Н., Шрон Н.З. Термическая обработка и свойства сварных соединений. Л.: Машиностроение. Ленингр. отделение, 1978. 367 с.
7. Винокуров В.А. Отпуск сварных конструкций для снижения напряжений. М.: Машиностроение, 1973. 396 с.
8. Хромченко Ф.А., Корольков П.М. Технология и оборудование для термической обработки сварных соединений. М.: Энергоатомиздат, 1987. 200 с.

9. Блинов Ю.И., Усов В.А., Поповцев Ю.А. Применение водовоздушного охлаждения для закалки сварного соединения бурильных труб // *Сталь*. 1989. № 3. С. 78–81.
10. Майсурадзе М.В., Юдин Ю.В., Эйсмонт Ю.Г. Водокапельный способ упрочнения сварных соединений бурильных труб // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2012. № 5. С. 50–54.
11. ISO 100097-1: 1999 (E), Switzerland. 12 p.
12. Лачинян Л.А. Работа бурильной колонны. М.: Недра, 1992. 214 с.
13. Пояркова Е.В., Диньмухаметова Л.С. Влияние механической неоднородности на предельную несущую способность сварных соединений из сталей повышенной прочности // *Научно-технический вестник Поволжья*. 2011. № 6. С. 160–164.
14. Приймак Е.Ю., Трякина Н.Ю. Термическая обработка сварных соединений сталей различных структурных классов, применяемых в теплоэнергетике // *Инновационная деятельность предприятий по исследованию, обработке и получению современных материалов и сплавов: сборник докладов Международной научной конференции*. В 2 т. Т. 2. М.: Машиностроение, 2012. С. 391–402.
15. Диньмухаметова Л.С., Пояркова Е.В. Влияние термоциклической обработки на эксплуатационную стойкость сварных элементов с мягкими прослойками // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2015. № 2-1. С. 36–41.
16. Марочник сталей и сплавов / под ред. В.Г. Сорокина. М.: Интернет Инжиниринг, 2003. 680 с.
17. ГОСТ 6996–66. Сварные соединения. Методы определения механических свойств. М.: Стандартинформ, 2007. 66 с.
18. ГОСТ 9454–78. Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах. М.: Издательство стандартов, 2003. 10 с.
19. Смирнов М.А., Счастливцев В.М., Журавлев Л.Г. Основы термической обработки стали. М.: Наука и технологии, 2002. 519 с.
20. Герасимова Л.П., Гук Ю.П. Контроль качества конструкционных материалов. М.: Интернет Инжиниринг, 2010. 848 с.
6. Zemzin V.N., Shron N.Z. *Termicheskaya obrabotka i svoystva svarnykh soedineniy* [Thermal treatment and properties of welded joints]. Leningrad, Mashinostroenie. Leningr. otdelenie Publ., 1978. 367 p.
7. Vinokurov V.A. *Otpusk svarnykh konstruktсий dlya snizheniya napryazheniy* [Leave welded structures to reduce stress]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1973. 396 p.
8. Khromchenko F.A., Korolkov P.M. *Tekhnologiya i oborudovanie dlya termicheskoy obrabotki svarnykh soedineniy* [Technology and equipment for heat treatment of welded joints]. Moscow, Energoatomizdat Publ., 1987. 200 p.
9. Blinov Yu.I., Usov V.A., Popovtsev Yu.A. Application of water-air cooling for hardening of a welded joint of drill pipes. *Stal*, 1989, no. 3, pp. 78–81.
10. Maysuradze M.V., Yudin Yu.V., Eysmond Yu.G. Water drop method for hardening welded joints of drill pipes. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2012, no. 5, pp. 50–54.
11. ISO 100097-1: 1999 (E), Switzerland. P. 12.
12. Lachinyan L.A. *Rabota burilnoy kolonny* [The work of the drill string]. Moscow, Nedra Publ., 1992. 214 p.
13. Poyarkova E.V., Dinmukhametova L.S. Influence of mechanical heterogeneity on limiting bearing ability of welded connections from steels of the raised durability. *Nauchno-tekhnicheskiiy vestnik Povolzhya*, 2011, no. 6, pp. 160–164.
14. Priymak E.Yu., Tryakina N.Yu. Influence of mechanical heterogeneity on the ultimate load-bearing capacity of welded joints of steels of increased strength. *Innovatsionnaya deyatelnost predpriyatiy po issledovaniyu, obrabotke i polucheniyu sovremennykh materialov i splavov: sbornik докладов Mezhdunarodnoy nauchnoy konferentsii*. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2012. Vol. 2, pp. 391–402.
15. Dinmukhametova L.S., Poyarkova E.V. The influence of thermal cyclic treatment on the service durability of welded elements with soft interlayer. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2015, no. 2-1, pp. 36–41.
16. Sorokina V.G., ed. *Marochnik staley i splavov* [Marochnik of steels and alloys]. Moscow, Internet Inzhiniring Publ., 2003. 680 p.
17. GOST 6996–66. *Svarnye soedineniya. Metody opredeleniya mekhanicheskikh svoystv* [Welded joints. Methods of mechanical properties determination]. Moscow, Standartinform Publ., 2007. 66 p.
18. GOST 9454–78. *Metally. Metod ispytaniya na udarnyy izgib pri ponizhennykh, komnatnoy i povyshennykh temperaturakh* [Metals. Method for testing the impact strength at low, room and high temperature]. Moscow, Izdatelstvo standartov Publ., 2003. 10 p.
19. Smirnov M.A., Schastlivtsev V.M., Zhuravlev L.G. *Osnovy termicheskoy obrabotki stali* [Basics of heat treatment of steel]. Moscow, Nauka i tekhnologii Publ., 2002. 519 p.
20. Gerasimova L.P., Guk Yu.P. *Kontrol kachestva konstruktсионnykh materialov* [Quality control of construction materials]. Moscow, Internet Inzhiniring Publ., 2010. 848 p.

## REFERENCES

1. Ellis C.R.G. Recent Industrial developments in friction welding. *Welding Journal*, 1975, no. 8, pp. 582–589.
2. Lebedev V.K. *Svarka treniem* [Friction welding]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1987. 487 p.
3. Vill V.I. *Svarka metallov treniem* [Welding of metals by friction]. Leningrad, Mashinostroenie. Leningr. Otdelenie Publ., 1970. 176 p.
4. GOST R 50278–92. *Truby burilnye s privarennyimi zamkami* [Drill pipes with weld-on tool joints. Specifications]. Moscow, Standartinform Publ., 2010. 16 p.
5. GOST R 51245–99. *Truby burilnye stalnye universalnye* [Steel universal drill rods. General specifications]. Moscow, GOSSTANDART Rossii Publ., 1999. 11 p.

**THE INFLUENCE OF VARIOUS MODES OF POST-WELD HEAT TREATMENT  
ON THE STRUCTURAL AND MECHANICAL HETEROGENEITY OF WELDED JOINTS  
OF MEDIUM ALLOY STEELS PRODUCED BY ROTATIONAL FRICTION WELDING**

© 2017

**E. Yu. Priymak**, PhD (Engineering), Head of Laboratory “Metallurgical science and heat treatment”  
*Orenburg State University, Orenburg (Russia)*

**A. V. Stepanchukova**, postgraduate student,  
engineer-metallurgist of Laboratory “Metallurgical science and heat treatment”  
*ZBO Drill Industries Inc., Orenburg (Russia)*

**N. Yu. Tryakina**, PhD (Engineering), engineer of 1st category  
*ООО “Gazprom transgaz Ekaterinburg”, Yekaterinburg (Russia)*

**A. P. Fot**, Doctor of Sciences (Engineering), Chief Scientific Secretary

**A. S. Atamashkin**, postgraduate student  
*Orenburg State University, Orenburg (Russia)*

*Keywords:* rotational friction welding; microstructure; mechanical heterogeneity; mechanical properties; 30HGSA steel; 40HN2MA steel.

*Abstract:* Rotational friction welding is one of the promising technologies for the creation of high-quality welded joints, which is widely used in the pipe industry when producing wide nomenclature drill pipes of medium-carbon alloy steels. Despite the long-term application of this method by the Russian enterprises manufacturing this type of products, there are few published data in the scientific literature aimed at the detailed study of structural and mechanical heterogeneity of such compounds, including after various modes of their heat treatment.

The authors evaluated the structural and mechanical heterogeneity of welded joints of 30HGSA-40HN2MA steels tested to produce geological exploration drill pipes in the initial state and after the application of various temperature-time modes of induction annealing. The paper presents the results of hardness measurement in different areas of welded joint and the results of rupture test and impact-viscosity test.

During the study, the authors determined the peculiarities of phase transformations occurring in welded materials depending on the temperature and time factors that affected the degree of mechanical heterogeneity of the annealing zone and the level of mechanical properties, including the nature of impact fracture. It is shown, that, during the rupture tests, the mechanical properties of welded joints of 30HGSA-40HN2MA steels generally depend on the properties of thermomechanical impact zone of 30HGSA steel as the weakest area where the deformation is localized and the rupture occurs. The authors determined the formation of hardening structures during the induction annealing from the 40HN2MA steel side influencing the tendency for brittle fracture of the welded joint area. Optimal modes of heat treatment of this welded joint combination from the position of full-strength and reliability of the structure are recommended.

## АНАЛИЗ СТРУКТУРЫ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫХ ПОКРЫТИЙ СИСТЕМЫ TiC-Ni НА ШТАМПОВОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКИ

© 2017

*Д.А. Романов*, кандидат технических наук,

доцент кафедры естественнонаучных дисциплин имени профессора В.М. Финкеля

*Е.В. Протопопов*, доктор технических наук, профессор кафедры металлургии черных металлов, ректор  
*Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк (Россия)*

*В.А. Батаев*, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой материаловедения в машиностроении  
*Новосибирский государственный технический университет, Новосибирск (Россия)*

*Е.М. Кузиев*, кандидат технических наук,

доцент кафедры естественнонаучных дисциплин имени профессора В.М. Финкеля

*В.Е. Громов*, доктор физико-математических наук, профессор,

заведующий кафедрой естественнонаучных дисциплин имени профессора В.М. Финкеля

*Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк (Россия)*

*Ю.Ф. Иванов*, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник

*Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, Томск (Россия)*

**Ключевые слова:** электровзрывное напыление; электронно-пучковая обработка; никель; карбид титана; композиционное покрытие; штамповая сталь.

**Аннотация:** Методами современного физического материаловедения выполнены исследования фазового и элементного состава поверхностного слоя штамповой стали X12MФ, подвергнутого электровзрывному напылению композиционного покрытия системы TiC-Ni и последующему облучению высокоинтенсивным электронным пучком субмиллисекундной длительности воздействия. Масштаб элементов структуры поверхности покрытия после электровзрывного напыления изменяется в очень широком интервале – от сотен микрометров до десятков-сотен нанометров. По морфологическому признаку в объеме покрытия можно выделить два слоя: собственно покрытие и слой термического влияния, плавно переходящий в основной объем образца. Последующая электронно-пучковая обработка электровзрывных покрытий, осуществляемая в режиме плавления, приводит к существенному преобразованию рельефа, распределению элементов на поверхности покрытия и формированию структурно и концентрационно однородного поверхностного слоя. Рельеф поверхности выглаживается; относительно однородный серый контраст с включениями округлых частиц на поверхности покрытия замещается преимущественно серым, что указывает на более равномерное распределение элементов вдоль поверхности, иницированное обработкой. Выявлены режимы электронно-пучковой обработки, позволяющие формировать плотные, с зеркальным блеском поверхностные слои, обладающие субмикроструктурной структурой на основе карбида титана и никеля. Обнаруживаются также слои, обогащенные и обедненные карбидом титана. При этом концентрация карбида титана в пределах каждого слоя слабо зависит от расстояния до поверхности облучения. Этот факт свидетельствует о формировании в материале многослойной структуры, в которой слои с повышенным содержанием карбида титана (более прочные слои) чередуются со слоями с пониженным содержанием карбида титана (менее прочные слои).

### ВВЕДЕНИЕ

Композиционные материалы системы TiC-Ni, TiC-Mo и TiC-Ni-Mo обладают высокой износостойкостью. В настоящее время композиционные покрытия на основе систем TiC-Ni [1] и TiC-Mo [2] были получены методом вакуумного плазменного напыления. Методом высокоскоростного газопламенного напыления удается получать покрытия на основе Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-Ni<sub>20</sub>Cr [3], однако они обладают меньшей износостойкостью по сравнению с покрытиями систем TiC-Ni и TiC-Mo. Методом электроосаждения и последующей термической обработки сформированы износостойкие покрытия систем Ti-Ni [4] и V-Mo [5]. Авторами работы [6] изучена микроструктура TiC-Ni. Влияние добавления хрома на поведение сплава Ni-Mo обсуждается в работе [7]. Микроструктура композитов на основе металлической матрицы, полученных безмасляной инфльтрацией титана с использованием сплавов на железной и никелевой основах, изучена в [8]. Микроструктура и коррозионная стойкость наночастиц Ti, армированных Ni-Ti композитными покрытиями, полученных методом электроосаждения, изучены в [9],

электродугового напыления – в [10]. Износостойкость покрытий системы TiC-NiMo и Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-Ni, армированных FeCrSiB, полученных методом высокоскоростного газопламенного напыления, обсуждается в [11], а высокотемпературная эрозия покрытий на основе железа, армированных керметными частицами, – в [12]. Исследование микроструктуры и свойств покрытий на стали 45, нанесенных методом электроискрового осаждения электродами на основе TiC-Ni-Mo, произведено в [13]. Покрытия такого состава могут быть сформированы методом электровзрывного напыления (ЭВН), который позволяет получать высококачественные беспористые покрытия [14; 15]. Одной из областей применения этого метода является модификация поверхностных слоев материалов, используемых для формирования покрытий с высокой твердостью. Метод позволяет наносить покрытия из продуктов взрыва проводников, а при добавлении в область взрыва порошковых навесок различных веществ – осуществлять формирование композиционных покрытий, обладающих адгезией с основой на уровне когезии и высокими функциональными свойствами.

Перспективным направлением развития способов ЭВН композиционных покрытий является их модифицирование высокоинтенсивными электронными пучками [16]. Высокая энергетическая эффективность и однородность плотности энергии по сечению потока, хорошая воспроизводимость импульсов и высокая частота их следования позволяют использовать импульсные электронные пучки в технологических целях. Они используются для снижения шероховатости поверхности покрытий, их гомогенизации и наноструктурирования, повышения износостойкости, твердости путем импульсно-периодического переплавления и последующего высокоскоростного охлаждения путем отвода тепла в объем подложки.

Цель работы – модифицирование высокоинтенсивным электронным пучком электровзрывных композиционных покрытий системы TiC-Ni на штамповой стали X12MФ и изучение их структурно-фазового состояния.

### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве подложки для ЭВН была использована штамповая сталь X12MФ после отжига на зернистый перлит, которая применяется для изготовления различных штампов и в настоящее время широко используется во многих отраслях промышленности. Химический состав стали X12MФ представлен в таблице 1.

Для ЭВН использовали электровзрывную установку ЭВУ 60/10 (энергоемкость – до 60 кДж; собственная частота разряда – 10 кГц; максимальное значение заряда – 5 кВ; средняя потребляемая мощность – 0,55 кВт) с характерными значениями поглощаемой плотности мощности при обработке поверхности материала  $\sim 10^9$  Вт/м<sup>2</sup>, давления в ударно-сжатом слое плазмы вблизи облучаемой поверхности  $\sim 10^6$ – $10^7$  Па, времени обработки 100 мкс. Покрытия наносили на образцы с размерами 15×15×5 мм. Режим термосилового воздействия на облучаемую поверхность задавали выбором зарядного напряжения емкостного накопителя энергии установки, по которому рассчитывали поглощаемую плотность мощности [17]. Электровзрывное напыление проводили с использованием композиционного электрически взрываемого проводника [18], который в данной работе представлял собой двуслойную никелевую фольгу с заключенной в ней навеской порошка карби-

да титана TiC. Поглощаемая облучаемой поверхностью плотность мощности при напылении составляла 4,8 ГВт/м<sup>2</sup>, диаметр никелевого сопла разрядной камеры плазменного ускорителя – 20 мм, расстояние образца от среза сопла – 20 мм. Массы фольги и порошковой навески составляли 406 и 200 мг соответственно.

Последующую электронно-пучковую обработку (ЭПО) электровзрывного покрытия осуществляли высокоинтенсивным импульсным электронным пучком на установке «СОЛО» Института сильноточной электроники СО РАН [17]. Облучение проводили в режимах ЭПО, представленных в таблице 2.

Исследование структуры модифицированного материала осуществляли методами растровой электронной микроскопии с использованием растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO50. Элементный состав поверхностного слоя анализировали методами рентгеноспектрального микроанализа. Перед микроскопическими исследованиями шлифы подвергали химическому травлению раствором следующего состава: FeCl<sub>3</sub> – 3 г, HCl – 2,5 мл, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH – 100 мл.

Также использовали рентгеновский дифрактометр ARLX’TRA, просвечивающий микроскоп ЭМ-125, электрохимическую систему Solartron Analytical 12558WB. Фольги для просвечивающей электронной микроскопии вырезали на расстоянии 45 мкм от поверхности покрытия, чтобы исследовать пограничный слой между покрытием и подложкой. Трибологические свойства (износостойкость и коэффициент трения) покрытий изучали в геометрии диск-штифт с помощью трибометра (CSEM, Швейцария) при комнатной температуре и влажности. Нанотвердость и модуль Юнга измеряли с использованием системы Agilent U9820A Nano Indenter G200. Микротвердость измеряли на микротвердомере HVS-1000A.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

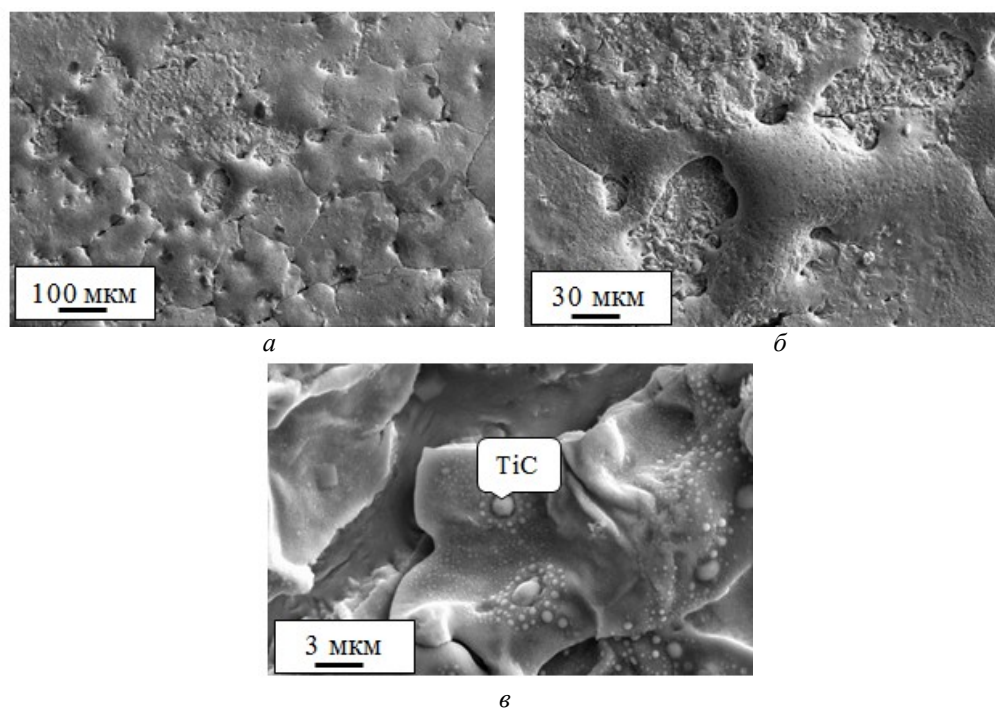
1. Структура модифицированных слоев после электровзрывного напыления. Масштаб элементов структуры поверхности покрытия после ЭВН изменяется в очень широком интервале – от сотен микрометров до десятков сотен нанометров (рис. 1). Таким же неоднородным

Таблица 1. Химический состав стали X12MФ (вес. %)

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Mo	V	Cu	Fe
1,65	0,3	0,35	0,3	0,01	0,02	12,5	0,5	0,2	0,2	83,97

Таблица 2. Режимы электронно-пучковой обработки

Режим	Параметры электронно-пучковой обработки		
	Плотность энергии пучка электронов $E_s$ , Дж/см <sup>2</sup>	Длительность импульса $t$ , мкс	Число импульсов $N$ , имп.
1	45	100	10
2	50	100	10
3	55	100	10
4	60	100	10
5	60	200	20



**Рис. 1.** Рельеф поверхности электровзрывного композиционного покрытия системы TiC-Ni: а – общий вид; б – микроглобулы; в – композиционная структура микроглобулы

является и распределение элементов на поверхности покрытия. На качественном уровне этот факт выявляется при исследовании поверхности в обратно отраженных электронах. Относительно однородный серый контраст с включениями округлых частиц должен свидетельствовать о формировании однородного по составу покрытия. Поскольку разница относительных атомных масс карбида титана TiC (титан, 47,86 а. е. м. и углерод, 12,01 а. е. м.) и никеля (58,69 а. е. м.) составляет 1,18 а. е. м., различить эти соединения по фазовому контрасту практически невозможно [19; 20]. Методами микрорентгеноспектрального анализа различие элементного состава областей поверхности покрытия можно охарактеризовать на количественном уровне. Коэффициент неоднородности в распределении элементов на поверхности покрытия (отношение суммарного количества титана, углерода и кислорода в светлых и темных областях) достигает 2,8.

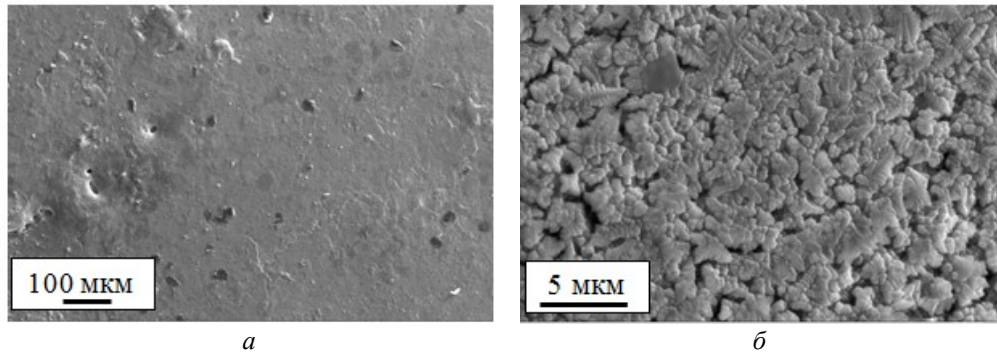
Высокий уровень неоднородности структуры покрытия по толщине и по распределению элементов в ней более наглядно выявляется при исследовании строения поперечных шлифов. Вследствие высоко развитого рельефа поверхности общая толщина напыленного покрытия изменяется в пределах от 30 до 50 мкм.

По морфологическому признаку в объеме покрытия можно выделить минимум два слоя: собственно покрытие и слой термического влияния, плавно переходящий в основной объем образца. Между слоями наблюдается различие в степени химической травимости. Слои характеризуются определенной субструктурой, размеры элементов в которой изменяются в пределах от 0,5 до 4 мкм. Судя по исследованиям, в обратно отраженных электронах структурные составляющие образованы более легкими элементами (титаном и углеродом), а матрица – более тяжелым элементом (никелем).

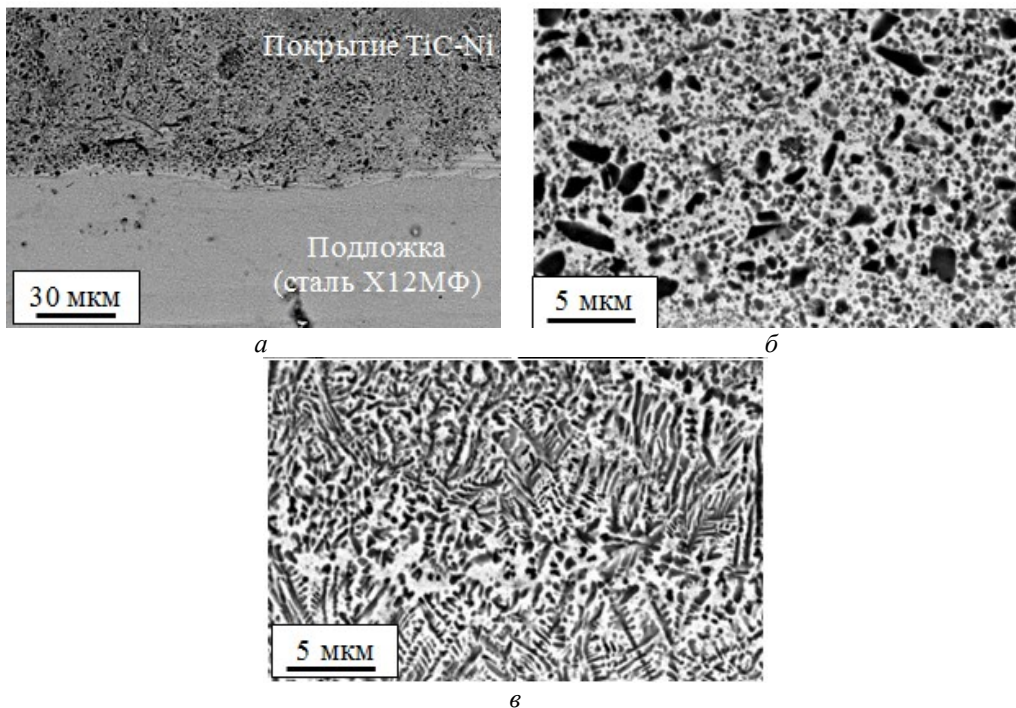
На периферии образца, где толщина покрытия составляет 30 мкм, обнаруживаются области округлой формы, существенно отличающиеся от окружающего объема материала структурой и элементным составом. Основными элементами данных областей являются углерод, кислород и кремний. Можно предположить, что данные области представляют собой поры или глобулярные включения, которые выкрошились при механической шлифовке и полировке. В связи с этим они содержат частицы шлифовальной пасты и последующего химического травления шлифа. Периферийная часть покрытия составляет не более 5 % от общего объема покрытия.

2. Структура модифицированных слоев после электровзрывного напыления и последующей электронно-пучковой обработки. Последующая электронно-пучковая обработка (ЭПО) электровзрывных покрытий приводит к существенному преобразованию рельефа и распределению элементов на поверхности покрытия. Рельеф поверхности выглаживается; относительно однородный серый контраст с включениями округлых частиц на изображении поверхности покрытия замещается преимущественно серым (рис. 2), что указывает на более равномерное распределение элементов вдоль поверхности, инициированное обработкой.

Высокоскоростное плавление и последующая высокоскоростная самозакалка поверхностного слоя вследствие отвода тепла в интегрально холодный объем образца приводят не только к выглаживанию рельефа, но и к существенному преобразованию структуры материала (рис. 3). Анализ поверхности обработки выявил два характерных типа структуры, сформировавшихся исключительно в результате ЭПО. Первый – это области со структурой дендритной кристаллизации (рис. 3 в). Продольные размеры дендритов достигают 5 мкм, поперечные – 1...2,5 мкм. Дендриты располагаются



**Рис. 2.** Структура поверхности облучения электровзрывных покрытий системы TiC-Ni высокоинтенсивным импульсным электронным пучком: а – общий вид; б – микроструктура



**Рис. 3.** Характерная структура поперечного сечения образца стали X12MΦ, подвергнутого ЭВН композиционного электровзрывного покрытия системы TiC-Ni после ЭПО: а – особенности на границе покрытия с подложкой; б – электровзрывное покрытие без ЭПО; в – слой покрытия, переплавленный при ЭПО. Сканирующая электронная микроскопия

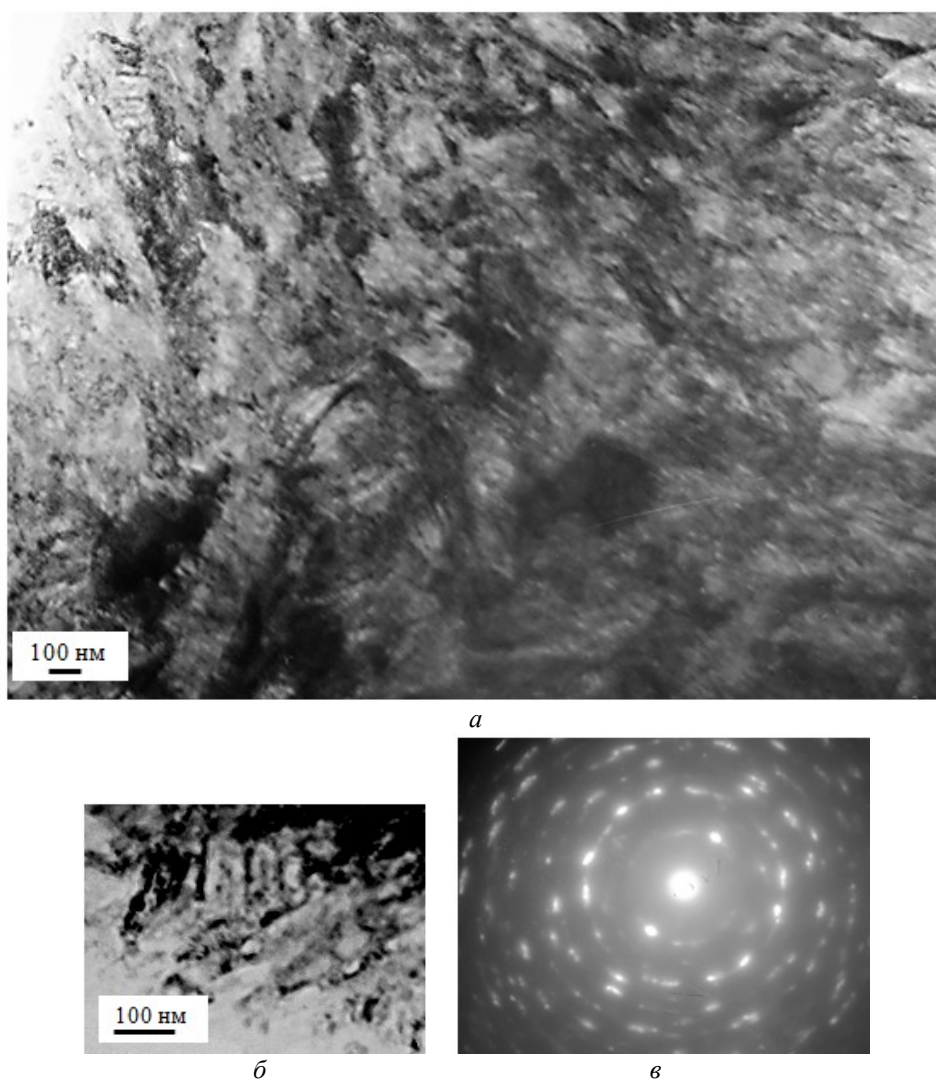
преимущественно перпендикулярно поверхности облучения, т. е. по направлению теплоотвода. Второй – сравнительно гладкие области со структурой ячеистой кристаллизации.

Представленные на рис. 4 области различаются элементным составом. Области, имеющие ярко выраженный темный контраст, сформированы исключительно титаном, углеродом и кислородом. Следовательно, можно предположить, что они сформированы частицами исходного порошка карбида титана, не растворившимися при ЭВН и последующей ЭПО. Области с наноразмерной субструктурой сформированы исключительно атомами никеля с небольшим содержанием титана и углерода. Можно ожидать, что данные области содержат частицы карбида титана. Области со структурой дендритной кристаллизации содержат элементы порошка карбида титана и никеля, следовательно, они были сформированы в результате жидкофазного пере-

мешивания никеля и карбида титана в процессе ЭВН с кислородом и поэтому должны иметь относительно сложный фазовый состав.

Режим 2 по влиянию на поверхность электровзрывного покрытия слабо отличается от режима 1. Увеличение плотности энергии пучка электронов до 55 Дж/см<sup>2</sup> (режим 3) приводит к формированию преимущественно структуры дендритной кристаллизации. Рентгеноспектральный микроанализ областей со структурой дендритной кристаллизации выявил присутствие как титана и углерода, так и никеля. Данный факт свидетельствует об увеличении степени дисперсности частиц карбида титана в никеле с ростом плотности энергии пучка электронов, т. е. об увеличении уровня гомогенности модифицируемого поверхностного слоя.

Преобразование структуры объема поверхностного слоя анализировали, исследуя химически протравленные поперечные шлифы. Отчетливо видно (рис. 3), что



**Рис. 4.** Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхностного слоя (слоя, расположенного на глубине  $\approx 45$  мкм) покрытия TiC-Ni, нанесенного на сталь X12MФ и дополнительно обработанного интенсивным импульсным электронным пучком: а, б – светлые поля; в – микроэлектронограмма

ЭПО при плотности энергии пучка электронов  $45 \text{ Дж/см}^2$  (режим 1) не приводит к формированию однородной структуры. Поверхностный слой толщиной до 40 мкм имеет дендритное строение (рис. 3 в); субструктура нижележащего слоя подобна субструктуре, формирующейся в материале при ЭВН. Следовательно, ЭПО при данном режиме обработки позволяет модифицировать слой толщиной не более 30 мкм. Весьма часто структура модифицированного слоя имеет слоистое строение. Это выявляется и при исследовании шлифов в обратно отраженных электронах (рис. 3 а), и при микрорентгеноспектральном анализе элементного состава материала.

Обнаруживаются также слои, обогащенные и обедненные карбидом титана. При этом концентрация карбида титана в пределах каждого слоя слабо зависит от расстояния до поверхности облучения. Этот факт свидетельствует о формировании в материале многослойной структуры, в которой слои с повышенным содержанием карбида титана (более прочные слои) чередуются со слоями с пониженным содержанием карбида титана (менее прочные слои).

В режиме 2 составляющие структуры покрытия незначительно отличаются от режима 1.

Подобная слоистая структура формируется в модифицированном слое и при облучении материала высокоинтенсивным импульсным пучком электронов в режиме 3. Обнаруживаются слои, различающиеся контрастом и субструктурой и имеющие меньшую толщину по сравнению со слоями, формирующимися в модифицированном слое при его облучении электронным пучком в режиме 1. При этом их количество увеличивается.

Композиционный контраст (рис. 3) также однозначно свидетельствует в пользу слоистого строения поверхностного слоя, формирующегося при комбинированной обработке покрытия. Следовательно, облучение электровзрывного покрытия высокоинтенсивным импульсным электронным пучком в режимах 1–3 не приводит к гомогенизации модифицированного слоя; формируется своеобразная слоистая структура. Можно ожидать, что существенное различие в концентрации элементов в выявленных слоях приведет к различию их прочностных и трибологических свойств.



При ЭПО покрытия в режиме 4 происходит полная гомогенизация поверхностного слоя покрытия толщиной 45 мкм (рис. 5). Структура покрытия после ЭПО характеризуется однородным распределением частиц карбида титана с размерами 0,5...1 мкм в никелевой матрице. Степень гомогенизации поверхностных слоев приведена в таблице 3.

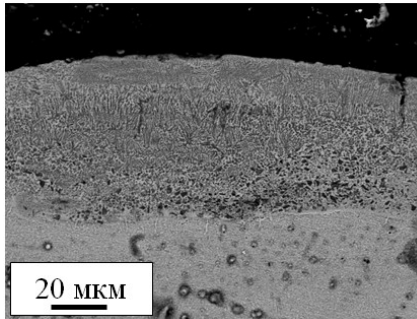


Рис. 5. Гомогенизированный поверхностный слой электровзрывного покрытия системы TiC-Ni после ЭПО

Таблица 3. Степень гомогенизации поверхностных слоев системы TiC-Ni

Режим ЭПО	Параметры гомогенизированного слоя	
	Толщина гомогенизированного слоя, мкм	Степень гомогенизации, %
1	30	85
2	35	90
3	40	95
4	45	100
5	30	80

Режим 5 по своим энергетическим параметрам сопоставим с режимом 2. Поэтому все структурные составляющие незначительно отличаются от полученных по режиму 2.

Данные рентгеноструктурного анализа покрытий систем TiC-Ni представлены в таблице 4. Согласно этим данным, основными фазами покрытия после ЭПО являются TiC, Ni и  $Ti_{0,14}Ni_{0,86}$ .

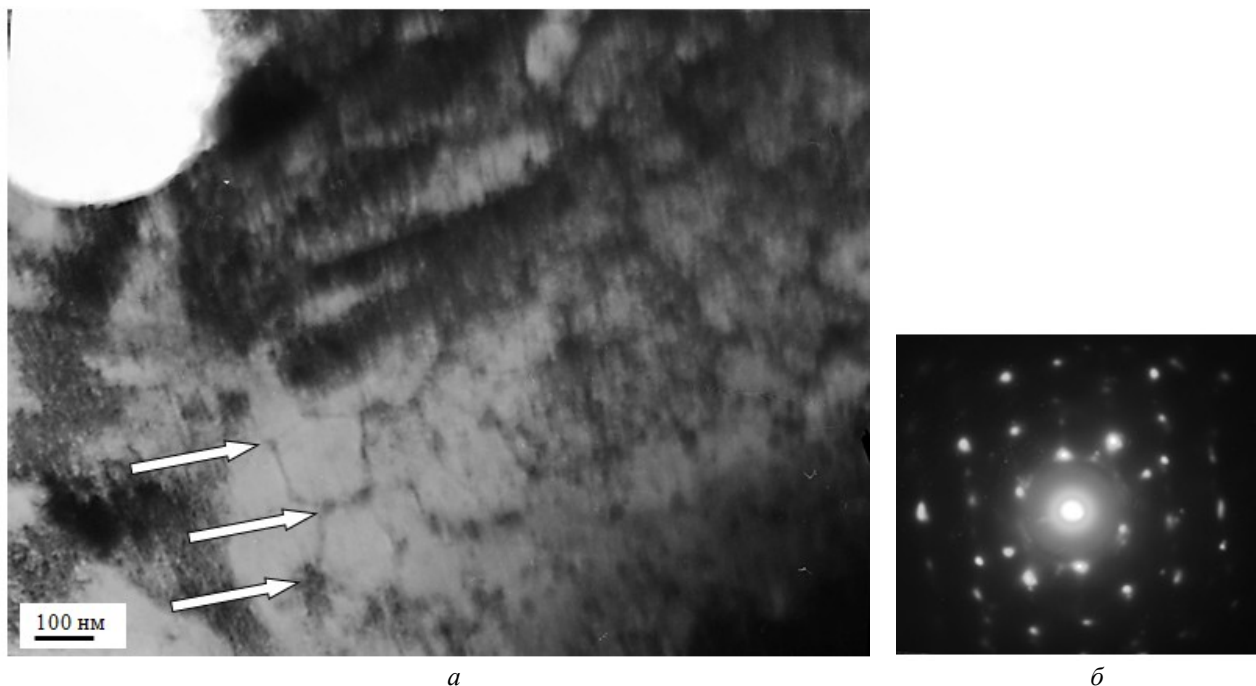
Индицирование микроэлектроннограммы, представленной на рис. 3 в, позволило выявить рефлексы, принадлежащие твердому раствору на основе  $\alpha$ -Fe (объемноцентрированная кристаллическая решетка на основе железа). Отчетливо видно, что  $\alpha$ -фаза имеет пластинчатую структуру, сформировавшуюся, очевидно, в результате мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения. Особенностью данной структуры являются ультрамалые поперечные размеры кристаллов мартенсита, величина которых составляет 40–50 нм (рис. 4 б). Очевидно, что формирование такой ультрамелкой мартенситной структуры обусловлено сверхвысокими скоростями охлаждения поверхностного слоя, реализующимися при облучении покрытия интенсивным импульсным электронным пучком. Отметим, что при печной обработке углеродистой стали с последующей закалкой в масле поперечные размеры кристаллов пакетного мартенсита изменяются в пределах от 100 до 1000 нм; поперечные размеры кристаллов пластинчатого мартенсита достигают единиц микрометра.

Следующей особенностью анализируемого слоя покрытия является формирование структуры ячеистой кристаллизации (рис. 6, ячейки кристаллизации указаны стрелками), что также свидетельствует о сверхвысоких скоростях охлаждения, имеющих место при облучении материала интенсивным импульсным электронным пучком. Индицирование микроэлектроннограмм, полученных с данных областей структуры (рис. 6 б), свидетельствует о том, что ячейки сформированы  $\alpha$ -фазой (твердый раствор на основе объемноцентрированной кристаллической решетки железа). По границам и в стыках границ ячеек кристаллизации располагаются частицы второй фазы. Индицирование микроэлектроннограммы, представленной на рис. 6 б (рис. 6 а, частицы указаны стрелками), показало, что частицы являются карбидом титана состава TiC. Частицы имеют преимущественно глобулярную форму. Размеры частиц изменяются в пределах 15–30 нм.

Таблица 4. Данные рентгеноструктурного анализа покрытий системы TiC-Ni

Режим ЭПО	Обнаруженные фазы	Содержание фаз, вес. %	Параметры решетки, Å	Размер области когерентного рассеяния, нм	Относительная микродеформация кристаллической решетки $\Delta d/d \cdot 10^{-4}$
1	TiC	34,7	4,3232	87,85	0,82
	Ni	55,3	3,5771	14,59	20,5
	$Ti_{0,14}Ni_{0,86}$	10,0	3,5749	17,25	4,94
2	TiC	81,1	4,3176	53,16	4,87
	Ni	0,0			
	$Ti_{0,14}Ni_{0,86}$	18,9	3,5931	17,59	20,0
3	TiC	70,4	4,3180	371,84	3,95
	Ni	0,5	3,5259	179,54	2,38
	$Ti_{0,14}Ni_{0,86}$	29,1	3,5781	18,67	19,38
4	TiC	67,8	4,3178	66,65	3,18
	Ni	3,2	3,5221		
	$Ti_{0,14}Ni_{0,86}$	29,0	3,6079	22,64	10,95

Режим ЭПО	Обнаруженные фазы	Содержание фаз, вес. %	Параметры решетки, Å	Размер области когерентного рассеяния, нм	Относительная микродеформация кристаллической решетки $\Delta d/d \cdot 10^{-4}$
5	TiC	70,2	4,3221	128,44	2,78
	Ni	1,3	3,5020	80,64	5,41
	Ti <sub>0,14</sub> Ni <sub>0,86</sub>	28,5	3,6054	19,51	3,25



**Рис. 6.** Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхностного слоя (слоя, расположенного на глубине  $\approx 45$  мкм) покрытия TiC-Ni, нанесенного на сталь X12MF и дополнительно обработанного интенсивным импульсным электронным пучком:  
*а* – светлое поле; *б* – микроэлектронограмма

Частицы карбида титана наблюдаются также в областях покрытия с мартенситной структурой  $\alpha$ -фазы. В этом случае частицы располагаются хаотически, имеют глобулярную форму, размеры частиц изменяются в пределах 50–70 нм (рис. 7, частицы указаны стрелками). Можно предположить, что частицы карбида титана, расположенные в мартенситной структуре (рис. 7), являются первичными, т. е. частицами порошка, использованного при формировании модифицированного слоя. Частицы, расположенные по границам структуры ячеистой кристаллизации (рис. 6), сформировались при обработке покрытия интенсивным импульсным электронным пучком.

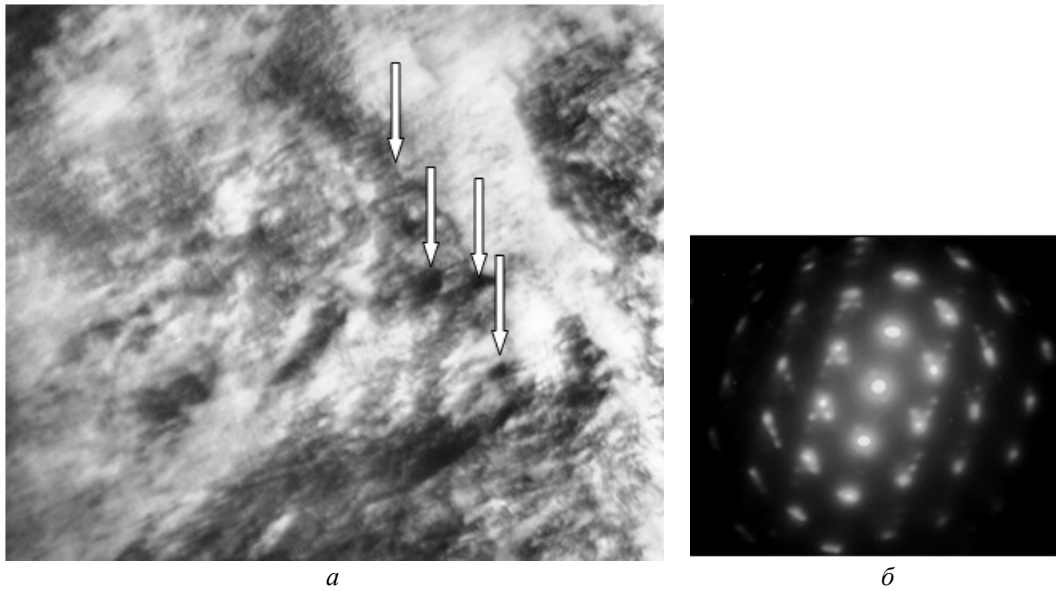
Наряду с частицами карбида титана, в структуре стали выявляются частицы карбида железа состава  $Fe_3C$  (цементит) (рис. 8, частицы цементита указаны черными стрелками). Частицы карбида титана имеют размеры 50–70 нм (рис. 8, частицы указаны светлыми объемными стрелками) и, как отмечалось выше, могут быть частицами порошка, использованного при модифицировании поверхности стали. Частицы карбида железа располагаются по границам кристаллов мартенсита (рис. 8, частицы указаны черными стрелками); размеры частиц – 10–15 нм. Можно предпо-

ложить, что данные частицы сформировались в процессе охлаждения материала после мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращения, т. е. являются частицами «самоотпуска» стали.

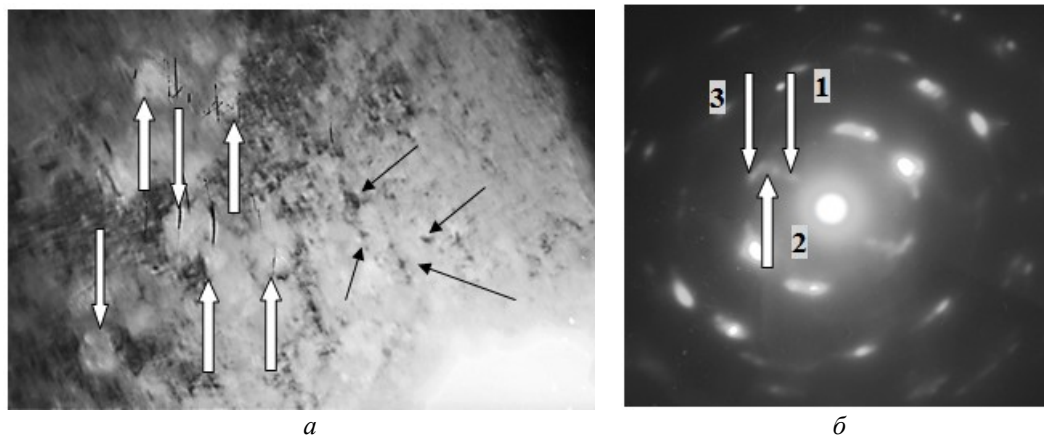
### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Выполнено электровзрывное напыление штамповой стали плазмой, формирующей при взрыве фольги никеля с навеской порошка карбида титана. Выявлено формирование покрытия толщиной до 50 мкм с градиентной структурой, в которой выявляются два слоя с различной степенью химической травимости. Распределение элементов как по глубине, так и вдоль каждого слоя неоднородно.

2. Осуществлено последующее облучение поверхности электровзрывных покрытий высокоинтенсивным импульсным электронным пучком субмиллисекундной длительности воздействия в различных режимах. Показано, что электронно-пучковая обработка приводит к выглаживанию поверхности облучения и перераспределению элементов вдоль поверхности покрытия. Выявляются области, элементный состав которых близок к составу частиц карбида титана, области, имеющие



**Рис. 7.** Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхностного слоя (слоя, расположенного на глубине  $\approx 45$  мкм) покрытия TiC-Ni, нанесенного на сталь X12MФ и дополнительно обработанного интенсивным импульсным электронным пучком: а – светлое поле; б – микроэлектрограмма. Стрелками указаны включения карбидной фазы



**Рис. 8.** Электронно-микроскопическое изображение структуры поверхностного слоя (слоя, расположенного на глубине  $\approx 10$  мкм) покрытия TiC-Ni, нанесенного на сталь X12MФ и дополнительно обработанного интенсивным импульсным электронным пучком: а – светлое поле (светлые объемные стрелки – включения карбида титана; черные стрелки – включения карбида железа); б – микроэлектрограмма (1 – рефлексы карбида железа  $[101]Fe_3C$ ; 2 – рефлексы карбида титана  $[111]TiC$ ; 3 – рефлексы  $\alpha$ -фазы  $[110]\alpha-Fe$ )

дендритную структуру, образованную карбидом титана и никелем, и области с малым содержанием карбида титана, имеющие наноразмерную ячеистую структуру. Увеличение поверхностной плотности энергии от 45 до 55 Дж/см<sup>2</sup> приводит к более равномерному распределению элементов покрытия вдоль поверхности. По глубине зоны комбинированной обработки обнаруживается несколько слоев с различной степенью однородности распределения карбида титана и никеля. Увеличение поверхностной плотности энергии приводит к уменьшению толщины слоев и увеличению их количества. Максимальная глубина зоны электронно-пучкового воздействия достигает 45 мкм. При электронно-пучковой обработке с поверхностной плотностью энер-

гии 60 Дж/см<sup>2</sup>, временем воздействия 100 мкс и числе импульсов 10 структура покрытия характеризуется однородным распределением частиц карбида титана с размерами 0,5...1 мкм в никелевой матрице. Методом рентгеноструктурного анализа обнаружено, что основными фазами покрытия после ЭПО являются TiC, Ni и Ti<sub>0,14</sub>Ni<sub>0,86</sub>. Установлено, что высокие скорости охлаждения, инициированные электронно-пучковой обработкой, приводят к формированию структуры субмикронного и наномасштабного уровня, что позволяет прогнозировать высокие прочностные и трибологические свойства модифицированного материала.

3. Пограничный слой между покрытием и подложкой сформирован твердым раствором на основе  $\alpha$ -Fe

с ультрамалыми (40–50 нм) поперечными размерами кристаллов мартенсита. Также в этом слое формируется структура ячеистой кристаллизации твердого раствора  $\alpha$ -фазы, по границам и в стыках границ ячеек кристаллизации которой располагаются частицы карбида титана TiC глобулярной формы с размером 15–30 нм. Частицы карбида титана наблюдаются также в областях покрытия с мартенситной структурой  $\alpha$ -фазы. В этом случае частицы располагаются хаотически, имеют глобулярную форму, размеры частиц – 50–70 нм. Наряду с частицами карбида титана выявляются частицы карбида железа Fe<sub>3</sub>C (цементита) с размером частиц 10–15 нм, которые располагаются по границам кристаллов мартенсита.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-32-60032 мол а<sub>дк</sub> и при финансовой поддержке Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук МК-1118.2017.2.*

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Fukushima T. High temperature properties of TiC-Ni coatings by thermal spraying // *Journal of High Temperature Society*. 2002. Vol. 28. № 4. P. 171–175.
2. Xiaoqian G., Yaran N., Liping H., Heng J., Xuebin Zh. Microstructure and tribological property of TiC-Mo coating prepared by vacuum plazma spraying // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2012. Vol. 21. № 5. P. 1083–1089.
3. Da Cunha C.A., de Lima N.B., Martinelli J.R., Bressiani A.H., Padial A.G.F., Ramanathan L.V. Microstructure and mechanical properties of thermal sprayed nanostructured Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-Ni<sub>20</sub>Cr coatings // *Materials Research*. 2008. Vol. 11. № 2. P. 137–143.
4. Serek A., Budniok A. Electrodeposition and thermal treatment of nickel layers containing titanium // *Journal of Alloys and Compounds*. 2003. Vol. 352. № 1-2. P. 290–295.
5. Panek J., Budniok A. Production and electrochemical characterization of Ni-based composite coatings containing titanium, vanadium or molybdenum powders // *Surface and Coatings Technology*. 2007. Vol. 201. № 14. P. 6478–6483.
6. Strzeciwilk D., Wokulski Z., Tkacz P. Microstructure of TiC crystals obtained from high temperature nickel solution // *Journal of Alloys and Compounds*. 2003. Vol. 350. № 1-2. P. 256–263.
7. Arya A., Dey G.K., Vasudevan V.K., Banerjee S. Effect of chromium addition on the ordering behaviour of Ni-Mo alloy: experimental results vs. electronic structure calculations // *Acta Materialia*. 2002. Vol. 50. № 13. P. 3301–3315.
8. Lemster K., Graule T., Kuebler J. Processing and microstructure of metal matrix composites prepared by pressureless Ti-activated infiltration using Fe-base and Ni-base alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2005. Vol. 393. № 1-2. P. 229–238.
9. Zhao Y., Jiang C., Xu Z., Cai F., Zhang Z., Fu P. Microstructure and corrosion behavior of Ti nanoparticles rein-

- forced Ni-Ti composite coatings by electrodeposition // *Materials and Design*. 2015. Vol. 85. P. 39–46.
10. Chang C.H., Jeng M.C., Su C.Y., Huang T.S. A study of wear and corrosion resistance of arc-sprayed Ni-Ti composite coatings // *Journal of Thermal Spray Technology*. 2011. Vol. 20. № 6. P. 1278–1285.
  11. Surzhenkov A., Antonov M., Goljandin D., Vilgo T., Mikli V., Viljus M., Latokartano J., Kulu P. Sliding wear of TiC-NiMo and Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>-Ni cermet particles reinforced FeCrSiB matrix HVOF sprayed coatings // *Estonian Journal of Engineering*. 2013. Vol. 19. № 3. P. 203–211.
  12. Surzhenkov A., Antonov M., Goljandin D., Kulu P., Viljus M., Traksmas R., Mere A. High-temperature erosion of Fe-based coatings reinforced with cermet particles // *Journal Surface Engineering*. 2016. Vol. 32. № 8. P. 624–630.
  13. Николенко С.В., Сюй Н.А., Бурков А.А. Исследование микроструктуры и свойств покрытий на стали 45, нанесенных методом электроискрового осаждения электродами на основе TiC-Ni-Mo // *Цветные металлы*. 2017. № 4. С. 69–75.
  14. Романов Д.А., Гончарова Е.Н., Будовских Е.А., Громов В.Е., Иванов Ю.Ф., Тересов А.Д., Казимиров С.А. Анализ структуры электровзрывных композиционных покрытий системы TiC-Ni на стали после электронно-пучковой обработки // *Металлы*. 2016. № 6. С. 69–77.
  15. Панин В.Е., Громов В.Е., Романов Д.А., Будовских Е.А., Панин С.В. Физические основы структурообразования в электровзрывных покрытиях // *Доклады Академии наук*. 2017. Т. 472. № 6. С. 650–653.
  16. Ivanov Y., Teresov A., Ivanova O., Gromov V., Budovskikh E., Romanov D., Semina O., Alsarayeva K. Formation of surface layers in Cu-C system // *Advanced Materials Research*. 2014. Vol. 1013. P. 224–228.
  17. Романов Д.А., Будовских Е.А., Громов В.Е., Иванов Ю.Ф. Электровзрывное напыление износостойких и электроэрозийноустойчивых покрытий. Новокузнецк: Полиграфист, 2014. 203 с.
  18. Романов Д.А., Будовских Е.А., Громов В.Е. Композиционный электрически взрываеый проводник для электровзрывного напыления покрытий или электровзрывного легирования поверхности металлов и сплавов: патент РФ на изобретение № 2478732; заявл. 13.09.2011; опубл. 10.04.2013.
  19. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой обработке // *Известия вузов. Физика*. 2008. Т. 51. № 5. С. 60–70.
  20. Брандон Д., Каплан У. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля. М.: Техносфера, 2006. 384 с.

#### REFERENCES

1. Fukushima T. High temperature properties of TiC-Ni coatings by thermal spraying. *Journal of High Temperature Society*, 2002, vol. 28, no. 4, pp. 171–175.
2. Xiaoqian G., Yaran N., Liping H., Heng J., Xuebin Zh. Microstructure and tribological property of TiC-Mo coating prepared by vacuum plazma spraying. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2012, vol. 21, no. 5, pp. 1083–1089.

3. Da Cunha C.A., de Lima N.B., Martinelli J.R., Bressiani A.H., Padial A.G.F., Ramanathan L.V. Microstructure and mechanical properties of thermal sprayed nanostructured  $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}_{20}\text{Cr}$  coatings. *Materials Research*, 2008, vol. 11, no. 2, pp. 137–143.
4. Serek A., Budniok A. Electrodeposition and thermal treatment of nickel layers containing titanium. *Journal of Alloys and Compounds*, 2003, vol. 352, no. 1-2, pp. 290–295.
5. Panek J., Budniok A. Production and electrochemical characterization of Ni-based composite coatings containing titanium, vanadium or molybdenum powders. *Surface and Coatings Technology*, 2007, vol. 201, no. 14, pp. 6478–6483.
6. Strzeciwiłk D., Wokulski Z., Tkacz P. Microstructure of TiC crystals obtained from high temperature nickel solution. *Journal of Alloys and Compounds*, 2003, vol. 350, no. 1-2, pp. 256–263.
7. Arya A., Dey G.K., Vasudevan V.K., Banerjee S. Effect of chromium addition on the ordering behaviour of Ni-Mo alloy: experimental results vs. electronic structure calculations. *Acta Materialia*, 2002, vol. 50, no. 13, pp. 3301–3315.
8. Lemster K., Graule T., Kuebler J. Processing and microstructure of metal matrix composites prepared by pressureless Ti-activated infiltration using Fe-base and Ni-base alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 393, no. 1-2, pp. 229–238.
9. Zhao Y., Jiang C., Xu Z., Cai F., Zhang Z., Fu P. Microstructure and corrosion behavior of Ti nanoparticles reinforced Ni-Ti composite coatings by electrodeposition. *Materials and Design*, 2015, vol. 85, pp. 39–46.
10. Chang C.H., Jeng M.C., Su C.Y., Huang T.S. A study of wear and corrosion resistance of arc-sprayed Ni-Ti composite coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*, 2011, vol. 20, no. 6, pp. 1278–1285.
11. Surzhenkov A., Antonov M., Goljandin D., Vilgo T., Mikli V., Viljus M., Latokartano J., Kulu P. Sliding wear of TiC-NiMo and  $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-Ni}$  cermet particles reinforced FeCrSiB matrix HVOF sprayed coatings. *Estonian Journal of Engineering*, 2013, vol. 19, no. 3, pp. 203–211.
12. Surzhenkov A., Antonov M., Goljandin D., Kulu P., Viljus M., Traksmaa R., Mere A. High-temperature erosion of Fe-based coatings reinforced with cermet particles. *Journal Surface Engineering*, 2016, vol. 32, no. 8, pp. 624–630.
13. Nikolenko S.V., Syuy N.A., Burkov A.A. Investigation of microstructure and properties of coatings on the steel 45, applied by TiC-Ni-Mo based electric discharge deposition. *Tsvetnye metally*, 2017, no. 4, pp. 69–75.
14. Romanov D.A., Goncharova E.N., Budovskikh E.A., Gromov V.E., Kazimirov S.A., Ivanov Y.F., Teresov A.D. Structure of electroexplosive TiC-Ni composite coatings on steel after electron-beam treatment. *Russian metallurgy (Metally)*, 2016, no. 11, pp. 1064–1071.
15. Panin V.E., Panin S.V., Gromov V.E., Romanov D.A., Budovskikh E.A. The physical basics of structure formation on electroexplosive coatings. *Doklady Physics*, 2017, vol. 62, no. 2, pp. 67–70.
16. Ivanov Y., Teresov A., Ivanova O., Gromov V., Budovskikh E., Romanov D., Semina O., Alsaraeva K. Formation of surface layers in Cu-C system. *Advanced Materials Research*, 2014, vol. 1013, pp. 224–228.
17. Romanov D.A., Budovskikh E.A., Gromov V.E., Ivanov Yu.F. *Elektrovzryvnoe napylenie iznoso- i elektroerozionnostoykikh pokrytiy* [Electrospray Coating of Wear and Electroerosion Resistant Coatings]. Novokuznetsk, Poligrafist Publ., 2014. 203 p.
18. Romanov D.A., Budovskikh E.A., Gromov V.E. *Kompozitsionniy elektricheskiy vzryvaemiy provodnik dlya elektrovzryvnogo napyleniya pokrytiy ili elektrovzryvnogo legirovaniya poverkhnosti metallov i splavov* [Composite Electrically Explosible Conductor for Electrospray Coating or Electrospray Doping of Metal and Alloy Surfaces]. Patent RF, no. 2478732, 2013.
19. Koval' N.N., Ivanov Yu.F. Nanostructuring of surfaces of metaloceramic and ceramic materials by electron-beams. *Russian physics journal*, 2008, vol. 51, no. 5, pp. 505–516.
20. Brandon D., Kaplan W. *Microstructural Characterization of Materials*. Chichester, John Wiley & Sons Ltd, 1999. 409 p.

**THE ANALYSIS OF THE STRUCTURE OF ELECTROEXPLOSIVE COATINGS OF THE TiC-Ni SYSTEM  
ON THE DIE STEEL AFTER THE ELECTRON-BEAM TREATMENT**

© 2017

**D.A. Romanov**, PhD (Engineering), assistant professor of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences

**E.V. Protopopov**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor of Chair of Metallurgy of Ferrous Metals, Rector  
*Siberian State Industrial University, Novokuznetsk (Russia)*

**V.A. Bataev**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of Chair of Material Science in Mechanical Engineering  
*Novosibirsk State Technical University, Novosibirsk (Russia)*

**E.M. Kuziv**, PhD (Engineering), assistant professor of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences

**V.E. Gromov**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,  
Head of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences

*Siberian State Industrial University, Novokuznetsk (Russia)*

**Yu.F. Ivanov**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, chief researcher

*Institute of High Current Electronics of the Siberian Branch of Russian academy of sciences, Tomsk (Russia)*

*Keywords:* electroexplosive spraying; electron-beam treatment; nickel; titanium carbide; composite coating; die steel.

*Abstract:* Using the methods of modern physical material science, the authors investigated the phase and elemental composition of the surface layer of H12MF die steel exposed to the electroexplosive spraying of the TiC-Ni system composite coating and the subsequent irradiation with the high-intensity electron beam of submillisecond exposure time. The scale of the elements of the coating surface structure after the electroexplosive spraying varies in a very wide range – from hundreds of micrometers to tens or hundreds of nanometers. According to the morphological sign, two layers can be identified in the coating volume: a coating as such and a layer of thermal influence smoothly changing into the sample bulk. The subsequent electron-beam treatment of electroexplosive coatings carried out in the melting mode leads to the significant transformation of a relief, the distribution of elements on the coating surface, and the formation of a structurally and concentrically homogeneous surface layer. The surface relief is smoothed out; a relatively uniform gray contrast with the inclusions of rounded particles on the coating surface is replaced predominantly with gray one that indicates the even distribution of elements along the surface initiated by the treatment. The authors identified the electron-beam processing modes allowing forming dense high-luster surface layers that have a submicrocrystalline structure based on titanium and nickel carbide. The layers enriched and depleted in the titanium carbide are detected as well. However, the concentration of titanium carbide within each layer slightly depends on the distance to the irradiation surface. This fact indicates the formation of a multilayer structure in the material, where the layers with the increased content of titanium carbide (more solid layers) alternate with the layers with the lowered content of titanium carbide (weaker layers).

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОВЕРХНОСТИ НАПЛАВКИ, ОБЛУЧЕННОЙ ИНТЕНСИВНЫМ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМ ИМПУЛЬСНЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ПУЧКОМ

© 2017

*Ю.А. Рубанникова*, студент

*В.Е. Громов*, доктор физико-математических наук, профессор,  
заведующий кафедрой естественнонаучных дисциплин имени профессора В.М. Финкеля

*Д.А. Косинов*, кандидат технических наук, докторант

*В.Е. Кормышев*, аспирант

*Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк (Россия)*

**Ключевые слова:** сталь Hardox 450; наплавка; электронно-пучковая технология; импульсная обработка; микротвердость.

**Аннотация:** Для обоснованного выбора материала покрытий, соответствующих условиям эксплуатации изделий, и режимов последующей электронно-пучковой обработки исследованы микротвердость, модуль Юнга и микроструктура модифицированного поверхностного слоя, наплавленного на мартенситную низкоуглеродистую сталь Hardox 450 высокоуглеродистыми порошковыми проволоками различного химического состава (№ 258 (NbC-G), № 720 (DT-DUR), № 760 (DT-DUR)) и дополнительно модифицированного путем облучения интенсивным импульсным электронным пучком двухступенчатым методом. Формирование наплавленного слоя на поверхность стали осуществляли в среде защитного газа, содержащего 98 % Ar, 2 % CO<sub>2</sub>, при сварочном токе 250–300 А и напряжении на дуге 30–35 В. Модифицирование наплавленного слоя осуществляли путем облучения поверхности наплавленного слоя высокоинтенсивным электронным пучком в режиме плавления и высокоскоростной кристаллизации. Нагрузка на индентор составляла 50 мН. Определение микротвердости модуля Юнга проводили в 30 произвольно выбранных точках модифицированной поверхности наплавки. Структуру поверхности модифицированной электронным пучком наплавки изучали методами сканирующей электронной микроскопии. Установлено, что повышение прочностных свойств модифицированного электронным пучком наплавленного слоя обусловлено формированием субмикроразмерной структуры, упрочнение которой вызвано закалочным эффектом и наличием включений второй фазы (бориды, карбобориды, карбиды). Выявлено, что максимальный упрочняющий эффект наблюдается при наплавке порошковой проволокой, содержащей 4,5 % бора. Показано, что на поверхности наплавки, сформированной проволокой, в элементный состав которой входит 4,5 % бора, и дополнительно облученной интенсивным импульсным электронным пучком, формируются системы микротрещин. Поверхностные наплавки, сформированные порошковыми проволоками, не содержащими бор, после импульсной обработки электронным пучком показали отсутствие микротрещин на модифицированной поверхности. Установлен значительный разброс значений нанотвердости и модуля Юнга, что обусловлено, очевидно, неоднородным распределением упрочняющих фаз.

### ВВЕДЕНИЕ

Создание новых материалов, обладающих высокими физико-механическими и эксплуатационными свойствами, связано с получением оптимального сочетания структур, наличием равномерного распределения по объему легирующих элементов, обеспечивающих высокие технологические свойства. В основе создания материалов с заданными свойствами лежат два основных подхода: изменение химического состава и формирование необходимой структуры материала. На этих же принципах основаны методы упрочнения поверхностей за счет модифицирования слоя материала (без изменения геометрических размеров детали) и нанесения покрытия на поверхность детали, когда размеры детали изменяются на величину нанесенного слоя покрытия. В первом случае изменяются или структура материала в поверхностном слое, или химический состав и распределение элементов по глубине слоя, или одновременно и то, и другое [1–3]. Во втором случае главным фактором, определяющим упрочнение, является выбранный материал покрытия, отличающийся от основного материала детали и обеспечивающий требуемые свойства поверхности [4; 5].

Для защиты металлов и сплавов от различных видов внешних воздействий: износа, коррозии, высоких тем-

ператур, статических и динамических нагружений – используются лазерные, плазменные, электронно-лучевые, электродуговые и другие методы нанесения покрытий. Большую практическую значимость имеют покрытия, сочетающие в себе ряд свойств, например износостойкость и коррозионную стойкость [6]. Подобные покрытия могут быть получены методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки на ускорителе релятивистских электронов. Метод электронно-лучевой наплавки и результаты исследований подобных покрытий описаны в работах [7–9].

В работе [6] в качестве подложки для наплавки использовалась низкоуглеродистая листовая сталь Ст3, на которую наплавливали однослойные покрытия из предварительно нанесенных на поверхность порошковых смесей хрома с карбидом бора В<sub>4</sub>С (в соотношении 1:3). Показано, что наивысшая износостойкость наплавленных покрытий достигается при образовании в них заэвтектической структуры с высокотвердыми первичными выделениями карбидных и карбоборидных фаз. Износостойкие покрытия обладают и повышенной коррозионной стойкостью. Дополнительный рост коррозионной стойкости возможен за счет снижения износостойкости – за счет увеличения количества хрома в твердом растворе (доэвтектическая структура).

Для этой же стали Ст3 применение в качестве наплавочного материала порошка карбида вольфрама приводит к формированию разнообразных структурно-фазовых состояний, определяемых концентрацией вольфрама и углерода в покрытии, энергией излучения и скоростью охлаждения наплавленного металла.

Перспективным способом модифицирования структуры поверхностного слоя изделий из различных материалов с целью повышения их эксплуатационных характеристик в настоящее время является электронно-пучковая импульсная обработка. Электронно-пучковая технология обладает большими возможностями контроля и регулирования количества подводимой к обрабатываемой поверхности энергии, отличается высокой локальностью распределения энергии в приповерхностном слое обрабатываемого материала и высоким коэффициентом полезного действия [10]. Использование импульсных электронных пучков в качестве средства модификации металлов и сплавов приводит к существенному изменению структурно-фазового состояния поверхностных слоев и, как следствие, к увеличению коррозионной стойкости, износостойкости и микротвердости, усталостной долговечности, недостижимому при традиционных методах поверхностной обработки.

При взаимодействии интенсивного импульсного электронного пучка с веществом имеют место: 1) сверхбыстрое нагревание мишени, сопровождающееся плавлением и испарением поверхностного слоя материала и десорбцией газа с поверхности материала; 2) перемешивание поверхностного слоя материала вследствие гидродинамических процессов и образование рельефа на поверхности в расплавленном слое; 3) ионизация десорбированных газов и паров материала мишени с формированием плазмы и ионных потоков; 4) сверхбыстрое охлаждение поверхности, способствующее изменению элементного и фазового состава, дефектной субструктуры, прочностных, усталостных, коррозионных и других свойств поверхностного слоя материала [11; 12]. Следует ожидать, что использование электронных пучков (импульсных низкоэнергетических, высокоинтенсивных плотных электронных пучков) приведет к дальнейшему развитию комбинированных технологий упрочнения металлов и сплавов и позволит достигать эффектов, которые не могут быть реализованы с использованием альтернативных методов [13]. В ряде работ показано, что минимальной нагрузкой при наноиндентировании, когда эффект масштабной зависимости твердости (эффект малых нагрузок) существенно снижен, является нагрузка в 50 мН [14–16], поэтому в настоящей работе нагрузку на индентор выбрали равной 50 мН [17; 18].

Статья направлена на изучение повышения стойкости металлургического оборудования электродуговой наплавкой износостойких порошковых проволок. Цель работы – анализ механических свойств слоя, сформированного на стали Hardox 450 электродуговой наплавкой проволокой различного элементного состава и дополнительно облученного интенсивным импульсным электронным пучком.

#### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала основы использовали сталь марки Hardox 450, элементный состав которой пред-

ставлен в таблице 1. Формирование наплавленного слоя осуществляли проволоками № 760 (DT-DUR) (вес. %: 1,4 C; 1,0 V; 7,0 Cr; 8,0 Nb; 1,2 W; остальное Fe), № 258 (NbC-G) (вес. %: 1,3 C; 7,0 Cr; 8,5 Nb; 1,4 W; 0,9 Mn; 1,1 Si; остальное Fe), № 720 (DT-DUR) (вес. %: 0,7 C; 2,0 Mn; 1,0 Si; 2,0 Ni; 4,5 B; остальное Fe).

**Таблица 1.** Элементный состав стали Хардокс (Hardox) 450 (вес. %, остальное Fe)

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	B	P	S
0,19–0,26	0,70	1,60	0,25	0,25	0,25	0,004	0,025	0,010

Наплавку упрочняющего слоя осуществляли методом MIG/MAG (Metal Inert Gas / Metal Active Gas – дуговая сварка плавящимся металлическим электродом с автоматической подачей присадочной проволоки) в среде газа (Ar – 98 %, CO<sub>2</sub> – 2 %) при сварочном токе 250–300 А и напряжении 30–35 В. Модифицирование наплавленного слоя осуществляли, облучая поверхность наплавленного слоя высокоинтенсивным электронным пучком на установке «СОЛО» в режиме плавления и высокоскоростной кристаллизации. Механические испытания модифицированной поверхности осуществляли, определяя микротвердость и модуль Юнга (ультрамикротвердомер Shimadzu DUH-211S; алмазный индентор в виде пирамиды Берковича). Определение данных характеристик материала осуществляли в 30 произвольно выбранных точках модифицированной поверхности наплавки. Микроструктуру модифицированного поверхностного слоя изучали методами сканирующей электронной микроскопии (сканирующий электронный микроскоп SEM-515 Philips). Исходные значения микротвердости и модуля Юнга для стали марки Hardox 450 приведены в таблице 2.

**Таблица 2.** Исходные значения микротвердости и модуля Юнга для стали марки Hardox 450

Марка стали	Микротвердость, ГПа	Модуль Юнга, ГПа
Hardox 450	4,5	200

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Средние значения (усреднение проводилось по 30 выполненным уколам) микротвердости и модуля Юнга поверхностного слоя наплавленного металла, облученного интенсивным импульсным электронным пучком, приведены в таблице 3. Анализ представленных результатов показывает, что наибольшей микротвердостью обладает металл наплавки, сформированной проволокой марки № 720 (DT-DUR), характерным отличием которой от двух других проволок является легирование бором. Известно, что борированные слои, сформированные на поверхности стали, обладают исключительно высокой микротвердостью и высоким сопротивлением



**Таблица 3.** Средние значения микротвердости и модуля Юнга поверхностного слоя наплавленного металла, облученного интенсивным импульсным электронным пучком ( $\sigma$  – среднеквадратическое отклонение измеряемой величины)

Марка наплавочной проволоки	Микротвердость, ГПа		Модуль Юнга, ГПа	
	$\langle H \rangle$	$\sigma$	$\langle E \rangle$	$\sigma$
760	6,17	1,48	221,3	29,0
258	13,00	2,20	260,3	33,1
720	20,83	2,53	347,7	26,6

абразивному износу вследствие образования на поверхности высокотвердых боридов железа – FeB и Fe<sub>2</sub>B [19].

Отрицательным свойством борированных слоев является их высокая хрупкость [20; 21]. Действительно, выполненные в настоящей работе исследования поверхности наплавки, сформированной проволокой марки № 720 (DT-DUR), в элементный состав которой входит бор (4,5 вес. %), и дополнительно облученной интенсивным импульсным электронным пучком, выявили формирование на поверхности облучения системы микротрещин, характерное изображение которых приведено на рис. 1 а. Для сравнения на рис. 1 б приведено изображение поверхности слоя, наплавленного на сталь Hardox 450 проволокой марки № 760 (DT-DUR), в составе которой бор отсутствует. Отчетливо видно, что дополнительная обработка наплавленного слоя интенсивным импульсным электронным пучком не привела к формированию микротрещин на модифицированной поверхности наплавки.

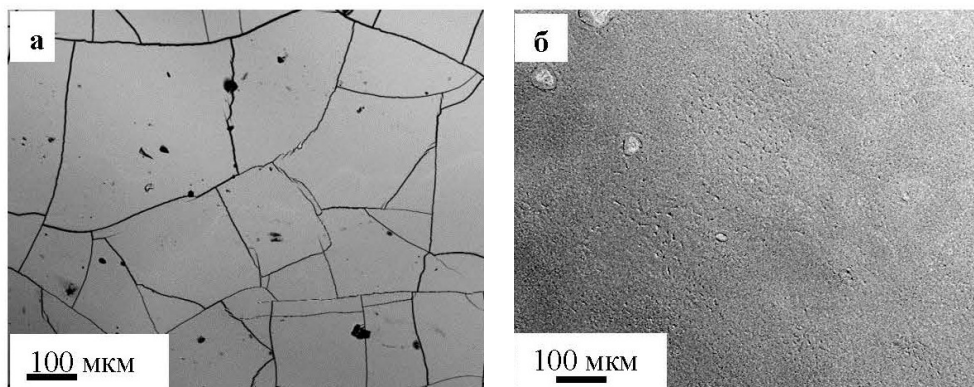
Очевидно, что прочностные характеристики стали определяются состоянием дефектной субструктуры материала. На рис. 2 приведены характерные электронно-микроскопические изображения поверхности наплавки, сформированной на стали Hardox 450 наплавочной проволокой марки № 760 (DT-DUR) и дополнительно облученной интенсивным импульсным электронным пучком.

Анализируя результаты, представленные на рис. 2, можно отметить, что поверхностный слой наплавленного металла имеет структуру, размеры кристаллитов ко-

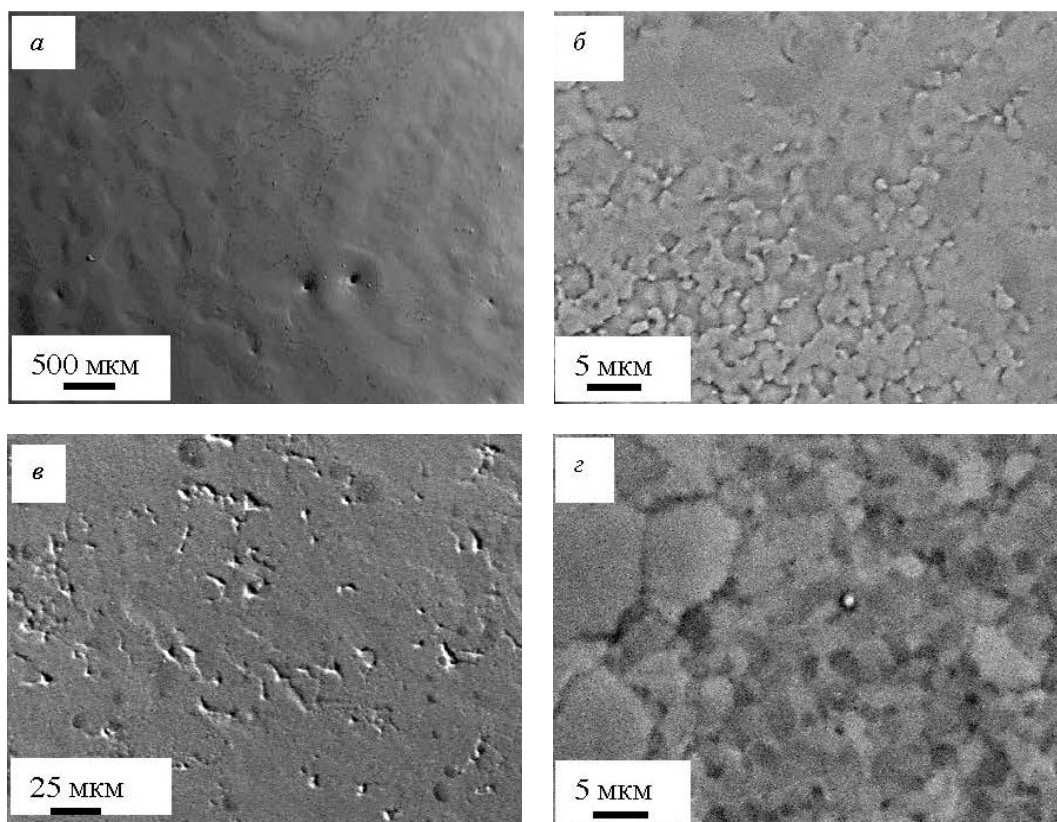
торой изменяются от десятых долей микрометра до единиц микрометра. Следует ожидать, что при исследовании дефектной субструктуры стали приборами с большим, чем сканирующая электронная микроскопия, разрешением можно будет выявить структурные элементы (частицы карбидной фазы) нанометрового размерного диапазона, что обусловлено сверхвысокими скоростями охлаждения поверхности слоя материала, облученного интенсивным импульсным электронным пучком микросекундной (50 мкс) длительности воздействия.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Таким образом, показано, что электронно-пучковая обработка сопровождается кратным увеличением микротвердости и модуля Юнга поверхностного модифицированного слоя относительно основы (сталь Hardox 450). Установлено, что повышение прочностных свойств модифицированного электронным пучком наплавленного слоя обусловлено формированием субмикроразмерной структуры, упрочнение которой, предположительно, вызвано закалочным эффектом и наличием включений вторых фазы (бориды, карбобориды, карбиды). Выявлено, что максимальный упрочняющий эффект наплавленного слоя наблюдается при легировании материала бором. Одновременно с этим легирование наплавленного слоя бором приводит к его охрупчиванию. Показано, что формирующаяся структура характеризуется существенным разбросом значений твердости, что, очевидно, обусловлено неоднородным распределением упрочняющих фаз.



**Рис. 1.** Структура поверхности наплавленного на сталь Hardox 450 слоя, дополнительно облученного интенсивным импульсным электронным пучком; слой сформирован: а – наплавочной проволокой марки № 720 (DT-DUR); б – наплавочной проволокой марки № 760 (DT-DUR). Сканирующая электронная микроскопия



**Рис. 2.** Структура поверхности наплавленного на сталь Hardox 450 слоя, дополнительно облученного интенсивным импульсным электронным пучком, наплавочная проволока марки № 760 (DT-DUR): а – 500 мкм от поверхности наплавленного слоя; б, г – 5 мкм от поверхности наплавленного слоя; в – 25 мкм от поверхности наплавленного слоя. Сканирующая электронная микроскопия

Исследования выполнены за счет средств гранта РФФИ (проект № 15-19-00065). Электронно-пучковая обработка наплавленного слоя выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ (проект № 16-49-700659 р\_а).

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Хасуи А., Моригаки О. Наплавка и напыление. М.: Машиностроение, 1985. 239 с.
2. Сараев Ю.Н. Разработка и внедрение новых инновационных технологических решений в сварке и наплавке – эффективный путь повышения производительности машиностроительных производств // Новые технологии, материалы и инновации в производстве. Усть-Каменогорск, 2009. С. 70–73.
3. Сараев Ю.Н., Безбородов В.П., Селиванов Ю.В. Особенности формирования защитных коррозионностойких покрытий при импульсной электродуговой наплавке сталей аустенитного класса // Сварочное производство. 2009. № 4. С. 20–25.
4. Сараев Ю.Н., Селиванов Ю.В. Оптимизация режимов импульсно-дуговой наплавки коррозионностойких покрытий // Сварочное производство. 2009. № 6. С. 3–9.
5. Сараев Ю.Н., Селиванов Ю.В. Оптимизация режимов и техники нанесения коррозионностойких покрытий электродуговой наплавкой в режиме импульсного изменения энергетических параметров технологического процесса // Новые промышленные технологии. 2009. № 4. С. 15–21.
6. Полетика И.М., Макаров С.А., Тетюцкая М.В., Крылова Т.А. Электронно-лучевая наплавка износостойких и коррозионностойких покрытий на низкоуглеродистую сталь // Известия Томского политехнического университета. 2012. Т. 321. № 2. С. 86–89.
7. Полетика И.М., Голковский М.Г., Перовская М.В., Беляков Е.Н., Салимов Р.А., Батаев В.А., Сазанов Ю.А. Формирование коррозионностойких покрытий методом наплавки в пучке релятивистских электронов // Перспективные материалы. 2006. № 2. С. 80–86.
8. Полетика И.М., Иванов Ю.Ф., Голковский М.Г., Перовская М.В. Структура и свойства покрытий, полученных электронно-лучевой наплавкой вне вакуума // Физика и химия обработки материалов. 2007. № 6. С. 48–56.
9. Полетика И.М., Крылова Т.А., Перовская М.В., Иванов Ю.Ф., Гнюсов С.Ф., Голковский М.Г. Структура и механические свойства металла вневакуумной электронно-лучевой наплавки до и после термической обработки // Упрочняющие технологии и покрытия. 2008. № 4. С. 44–53.
10. Коваль Н.Н., Иванов Ю.Ф. Наноструктурирование поверхности металлокерамических и керамических материалов при импульсной электронно-пучковой

- обработке // Известия вузов. Физика. 2008. Т. 51. № 5. С. 60–70.
11. Капралов Е.В., Райков С.В., Будовских Е.А., Громов В.Е., Костерев В.Б. Повышение износостойкости стали наплавкой // Сталь. 2014. № 7. С. 86–88.
  12. Иванов Ю.Ф., Коваль Н.Н. Низкоэнергетические электронные пучки субмиллисекундной длительности: получение и некоторые аспекты применения в области материаловедения // Структура и свойства перспективных металлических материалов. Томск: НТЛ, 2007. С. 345–382.
  13. Громов В.Е., Иванов Ю.Ф., Коновалов С.В., Кормышев В.Е. Структура и свойства износостойких наплавов, модифицированных электронно-пучковой обработкой. Новокузнецк: Изд. центр СибГИУ, 2017. 207 с.
  14. Oliver W.C. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // Journal of Materials Research. 1992. Vol. 7. № 6. P. 1564–1583.
  15. Мильман Ю.В., Голубенко А.А., Дуб С.Н. Определение нанотвердости при фиксированном размере отпечатка твердости для устранения масштабного фактора // Вопросы атомной науки и техники. 2015. Т. 96. № 2. С. 171–177.
  16. Rotshtein V., Ivanov Yu., Markov A. Surface treatment of materials with low-energy, high-current electron beams // Materials surface processing by directed energy techniques. Elsevier, 2006. P. 205–240.
  17. Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Vorobiev S.V., Kononov S.V. Fatigue of steels modified by high intensity electron beams. Cambridge: Cambridge international science publishing, 2015. 272 p.
  18. Головин Ю.И. Наноиндентирование и его возможности. М.: Машиностроение, 2009. 312 с.
  19. Teker T., Karatas S., Osman Yilmaz S. Microstructure and wear properties of AISI 1020 steel surface modified by HARDOX 450 and FeB powder mixture // Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces. 2014. Vol. 50. № 1. P. 94–103.
  20. Самсонов Г.В., Серебрякова Т.И., Неронов В.А. Бориды. М.: Атомиздат, 1975. 376 с.
  21. Химико-термическая обработка металлов и сплавов / под ред. Л.С. Ляховича. М.: Металлургия, 1981. 424 с.
  22. Sarayev Yu.N., Selivanov Yu.V. Optimization of regimes and techniques for applying corrosion-resistant coatings by electric arc surfacing in the regime of pulsed changes in the energy parameters of the technological process. *Novye promyshlennye tekhnologii*, 2009, no. 4, pp. 15–21.
  23. Poletika I.M., Makarov S.A., Tetyutskaya M.V., Krylova T.A. Electron-beam welding of wear and corrosion resistant coverings to low-carbon steel. *Bulletin of the Tomsk polytechnic university*, 2012, vol. 321, no. 2, pp. 86–89.
  24. Poletika I.M., Golkovsky M.G., Perovskaya M.V., Belyakov E.N., Salimov R.A., Bataev V.A., Sazanov Yu.A. Producing of corrosion-proof coatings by surfacing method in relativistic electron beam. *Perspektivnye materialy*, 2006, no. 2, pp. 80–86.
  25. Poletika I.M., Ivanov Yu.F., Golkovsky M.G., Perovskaya M.V. Structure and properties of coatings produced by electron-beam surfacing without vacuum. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2007, no. 6, pp. 48–56.
  26. Poletika I.M., Krylova T.A., Perovskaya M.V., Ivanov Yu.F., Gnyusov S.F., Golkovsky M.G. The structure and the properties of coatings obtained by the electron-beam surfacing out of vacuum before and after thermal treatment. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya*, 2008, no. 4, pp. 44–53.
  27. Koval' N.N., Ivanov Yu.F. Nanostructuring of surfaces of metaloceramic and ceramic materials by electron-beams. *Russian physics journal*, 2008, vol. 51, no. 5, pp. 505–516.
  28. Kapralov E.V., Raykov S.V., Budovskikh E.A., Gromov V.E., Kosterev V.B. Increasing the wear resistance of steel by cladding. *Stal'*, 2014, no. 7, pp. 86–88.
  29. Ivanov Yu.F., Koval' N.N. Low-energy electron beams of submillisecond duration: obtaining and some aspects of application in the field of materials science. *Struktura i svoystva perspektivnykh metallicheskiykh materialov*. Tomsk, NTL Publ., 2007, pp. 345–382.
  30. Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Kononov S.V., Kormyshev V.E. *Struktura i svoystva iznosostoykikh naplavok, modifitsirovannykh elektronno-puchkovoy obrabotkoy* [Structure and properties of wear-resistant surfacing, modified by electron beam treatment]. Novokuznetsk, SibGIU Publ., 2017. 207 p.
  31. Oliver W.C. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583.
  32. Milman Yu.V., Golubenko A.A., Dub S.N. Determination of nanohardness at a fixed size of hardness indent for the elimination of the size factor. *Problems of atomic science and technology*, 2015, vol. 96, no. 2, pp. 171–177.
  33. Rotshtein V., Ivanov Yu., Markov A. Surface treatment of materials with low-energy, high-current electron beams. *Materials surface processing by directed energy techniques*. Elsevier, 2006, pp. 205–240.
  34. Gromov V.E., Ivanov Yu.F., Vorobiev S.V., Kononov S.V. *Fatigue of steels modified by high intensity electron beams*. Cambridge, Cambridge international science publishing, 2015. 272 p.

## REFERENCES

1. Hasui A., Morigaki O. *Naplavka i napylenie* [Surfacing and spraying]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1985. 239 p.
2. Saraev Yu.N. Development and introduction of new innovative technological solutions in welding and surfacing is an effective way to increase the productivity of machine-building production. *Novye tekhnologii, materialy i innovatsii v proizvodstve*. Ust'-Kamenogorsk, 2009, pp. 70–73.
3. Sarayev Yu.N., Bezborodov V.P., Selivanov Yu.V. Protective corrosion-resistant covering formation features at pulse electroarc welding of the austenitic steels. *Svarochnoe proizvodstvo*, 2009, no. 4, pp. 20–25.
4. Sarayev Yu.N., Selivanov Yu.V. Optimization of the pulse-arc corrosion-resistant surfacing conditions. *Svarochnoe proizvodstvo*, 2009, no. 6, pp. 3–9.

18. Golovin Yu.I. *Nanoindentirovanie i ego vozmozhnosti* [Nanoindentation and its capabilities]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2009. 312 p.
19. Teker T., Karatas S., Osman Yilmaz S. Microstructure and wear properties of AISI 1020 steel surface modified by HARDOX 450 and FeB powder mixture. *Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces*, 2014, vol. 50, no. 1, pp. 94–103.
20. Samsonov G.V., Serebryakova T.I., Neronov V.A. *Boridy* [Borides]. Moscow, Atomizdat Publ., 1975. 376 p.
21. Lyakhovich L.S., ed. *Khimiko-termicheskaya obrabotka metallov i splavov* [Chemical-thermal treatment of metals and alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1981. 424 p.

**THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF SURFACING SURFACE IRRADIATED  
BY THE INTENSIVE LOW-ENERGY PULSED ELECTRON BEAM**

© 2017

*Yu.A. Rubannikova*, student

*V.E. Gromov*, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,  
Head of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences

*D.A. Kosinov*, PhD (Engineering), doctoral candidate

*V.E. Kormyshev*, postgraduate student

*Siberian State Industrial University, Novokuznetsk (Russia)*

*Keywords:* Hardox 450 steel; surfacing; electron-beam technology; impulse processing; microhardness.

*Abstract:* To substantiate the selection of a coatings material conforming to the operating conditions of the products and the subsequent electron-beam processing conditions, the authors studied the microhardness, Young's modulus and the microstructure of modified surface layer deposited on the martensitic low-carbon Hardox 450 steel with the high-carbon powder wires of various chemical composition (No. 258 (NbC-G), No. 720 (DT-DUR), No. 760 (DT-DUR)) and further modified by the irradiation with the intense pulsed electron beam using the two-step method. The formation of fused layer on steel surface was carried out in the shielding gas environment containing 98 % Ar, 2 % CO<sub>2</sub>, with the welding current of 250–300 A and the arc voltage of 30–35 V. The modifying of a fusion layer was carried out by irradiating the fusion layer surface with a high-intensity electron beam in the mode of melting and high-speed crystallization. The load on the indenter was 50 mN. The Young's modulus microhardness was determined in 30 arbitrarily selected points of the modified surfacing surface. The structure of modified by electron beam surfacing surface was studied with the scanning electron microscopy methods. It is determined that the increase in strength properties of the modified by the electron beam weld layer is caused by the formation of a sub-microsized structure, the hardening of which is caused by the quenching effect and the presence of the second phase inclusions (borides, carboborides, carbides). It was found that the maximum hardening effect is observed when surfacing with a flux-cored wire containing 4.5 % of boron. The study shows that the microcracks systems are formed on the surfacing surface formed by a wire, the elemental composition of which includes 4.5 % of boron, and additionally irradiated with the intense pulsed electron beam. While the surface surfacing formed by the powdered wires free of boron after the pulsed electron beam treatment demonstrated the absence of microcracks on the modified surface. The authors determined the significant spread in nanohardness and Young's modulus values that was apparently conditioned by the nonuniform distribution of strengthening phases.

**БЫСТРОЗАКАЛЕННЫЕ АМОРФНО-КРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ ЛЕНТЫ  
С ЭФФЕКТОМ ОБРАТИМОЙ ПАМЯТИ ФОРМЫ ИЗ СПЛАВА  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$   
ДЛЯ МИКРОМЕХАНИЧЕСКИХ УСТРОЙСТВ**

© 2017

*Н.Н. Ситников*, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

*И.А. Хабибуллина*, инженер 3-й категории

*Исследовательский центр имени М.В. Келдыша, Москва (Россия)*

*А.В. Шеляков*, кандидат физико-математических наук, доцент

*Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва (Россия)*

*Ключевые слова:* микромеханические устройства; микропинцеты; сплавы с эффектом памяти формы; закалка из жидкого состояния; аморфно-кристаллическое состояние; мартенситное превращение.

*Аннотация:* Методом спиннингования расплава на закалочном диске получены тонкие ленты из сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  (ат. %) в аморфно-кристаллическом состоянии (толщиной  $30\div 50$  мкм и шириной от 1 до 2 мм). Исследование полученных образцов сканирующей электронной микроскопией и рентгеноструктурным фазовым анализом показало, что при скорости охлаждения расплава  $10^5\div 10^6$  К/с лента представляет собой слоистый аморфно-кристаллический композит, который проявляет эффект обратимой памяти формы (ЭОПФ) с деформацией изгибом без какой-либо дополнительной термомеханической обработки. Установлено, что формоизменение быстрозакаленного аморфно-кристаллического композита происходит за счет реализации эффекта памяти формы вследствие протекания мартенситных превращений в кристаллическом слое. Предложена качественная структурная модель композитного материала, состоящего из аморфного слоя и псевдопластически деформированного растяжением кристаллического слоя с эффектом памяти формы, которая корректно описывает механическое поведение композита при реализации ЭОПФ. Способность разработанного аморфно-кристаллического композита к обратимой изгибной деформации была использована для создания миниатюрных функциональных элементов с обратимой памятью формы на изгиб для микромеханических устройств различного назначения. В частности, на основе быстрозакаленного слоистого аморфно-кристаллического композита из сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ , обладающего обратимой памятью формы на изгиб, с толщинами кристаллического слоя 10 мкм и аморфного слоя 30 мкм, были разработаны и изготовлены микропинцеты с зазором, регулируемым в диапазоне от 10 до 500 мкм и более в зависимости от величины захватываемого объекта. Продемонстрирована возможность манипулирования микрообъектами с помощью изготовленного устройства. Разработанное устройство может быть использовано для захвата и перемещения микрообъектов различного происхождения размером от единиц до сотен мкм. Продемонстрирована перспективность разработанного аморфно-кристаллического композита с ЭОПФ для создания на его основе миниатюрных функциональных элементов с обратимой памятью формы на изгиб для микромеханических устройств в различных областях техники, таких как в микроэлектроника, робототехника или микробиология.

## **ВВЕДЕНИЕ**

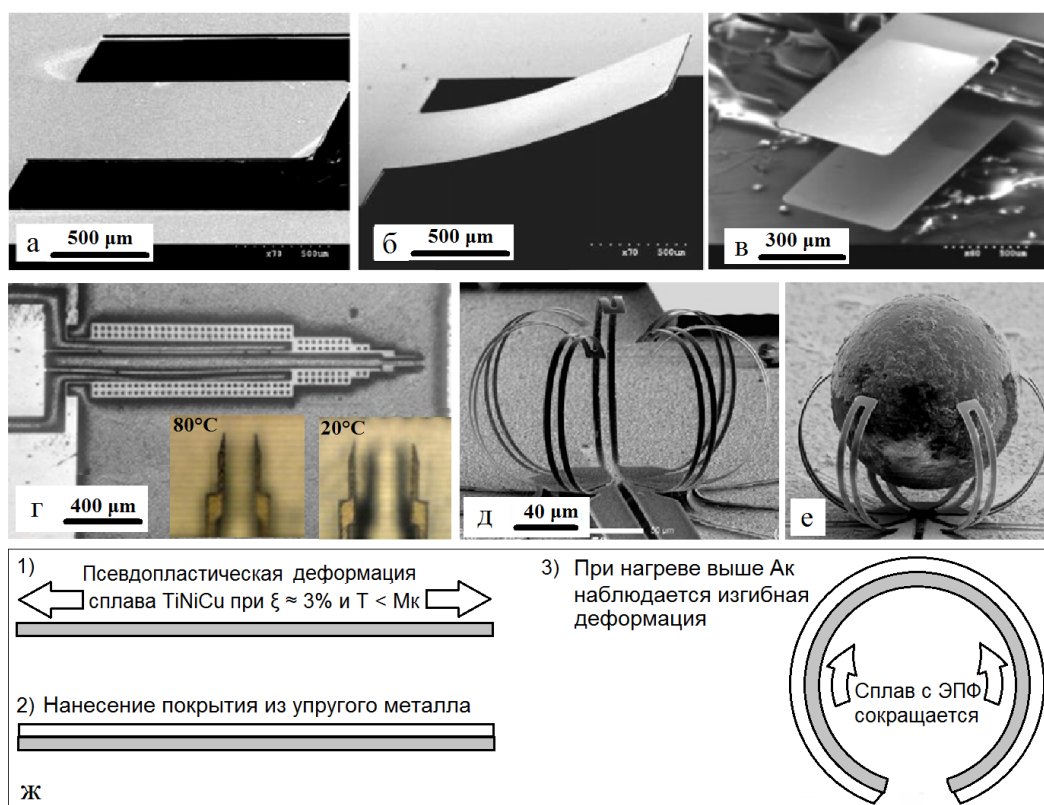
В последнее время показана эффективность использования сплавов, обладающих эффектом памяти формы (далее – ЭПФ), для создания микроустройств в различных областях техники, в частности, в приборостроении, медицине, энергетике, космических технологиях, робототехнике [1–3]. Постоянно возрастающий спрос на сверхпортативную и высокоэффективную технику стимулирует разработку малогабаритных, дешевых и быстродействующих устройств на основе таких сплавов.

Совсем недавно показано весьма успешное использование сплавов с ЭПФ в микроэлектромеханических системах (далее – МЭМС). Свойство сплавов с ЭПФ сохранять свои уникальные характеристики на микро-размерном уровне, позволяет создавать на их основе самые миниатюрные исполнительные устройства [4–6]. В таких устройствах могут быть использованы как актюаторы (приводы), изготовленные полностью из сплавов с ЭПФ, так и композитные материалы на основе сплавов с ЭПФ, обладающие обратимым ЭПФ. На основе пленок  $TiNiCu$  были разработаны различные виды устройств для биологических и технических применений типа микропинцет или микрозахват [7; 8]. Подобные микроустройства могут быть изготовлены также с помощью фотолитографического структурирования на

поверхности пленок со слоем фоторезиста и (или) методами напыления пленок (преимущественно магнетронное напыление).

В работе [9] показан один из типичных вариантов изготовления микрокантилевера, который может быть использован в микросистемах различного назначения (см. рис. 1). Получившееся устройство – кантилевер  $NiTi/Si$  с общей толщиной 15 мкм при нагреве около  $70\text{--}90$  °С изгибается в сторону слоя  $NiTi$  (см. рис. 1 а и 1 б). Из подобных конструкций может быть изготовлен микрозахват (см. рис. 1 в). На рис. 1 г показан микрозахват, изготовленный на основе пленки из сплава  $TiNiCu$  с ЭПФ [10]. При изменении температуры расстояние между кончиками микропинцета изменяется на величину около 40 мкм. Эти микрозахваты могут использоваться в качестве манипуляторов для микросборки в промышленности, для работы с мелкими объектами, в медицинских применениях, в опасной окружающей среде.

Микроклетки с многочисленными захватами – другой тип микрогрипперов, который имеет преимущество манипулирования микрообъектами. Ярким примером подобных устройств являются микроклетки на основе сплава ЭПФ (см. рис. 1 д и 1 е) [11]. Структуру этого устройства составляют верхний слой



**Рис. 1.** Устройство-кантилевер NiTi/Si, изготовленный по стандартной методике МЭМС (а); изгиб кантилевера NiTi/Si при нагреве (б); микрозахват, изготовленный из двух кантилеверов NiTi/Si (в); изображения микропинцета на основе TiNiCu, его зажимные части при температуре 80 °C и 20 °C (г); микроклетки на основе композита из TiNi /DLC (д, е); последовательная схема изготовления биметаллического композита с ЭОПФ на основе сплава TiNiCu (ж)

пленки из TiNi и нижний слой из сильно сжатого алмазоподобного слоя для изгиба вверх после снятия с подложки. Пальцы микроклетей закрываются вследствие ЭПФ, когда температура превосходит температуру начала превращения аустенит-мартенсит, и выполняют захватывающее действие. Показана демонстрация захвата микро клетями полимерного шарика диаметром 50 мкм.

С учетом того, что для микромеханических применений в подавляющем большинстве случаев требуются устройства циклического действия, наиболее предпочтительно использовать так называемый эффект обратной памяти формы (далее – ЭОПФ) в сплавах, когда реализуется обратимое изменение формы элемента с ЭПФ в цикле нагрев-охлаждение. Поскольку ЭПФ принципиально однократный эффект, то для формирования обратимого ЭПФ в большинстве случаев требуется специальная термомеханическая тренировка либо упругий внешний элемент. Однако эти способы не технологичны на микро- и наноуровне размеров инструмента, что делает невозможным или существенно затрудняет процесс создания микроустройств с помощью традиционных методов. Указанные недостатки носят принципиальный характер. Дальнейший прогресс в разработке МЭМС технологий и создания новых микроустройств на основе ЭПФ невозможен без разработки качественно нового подхода. В связи с этим в последнее время особое внимание в мире привлекают композитные материалы, способные проявлять ЭОПФ.

В работе [12] разработан микропинцет, принцип действия которого основан на использовании биметаллического композита с ЭОПФ. Композит состоит из сплава TiNiCu с ЭПФ в виде ленты, пленки или пластины и упругого слоя обычного металла, жестко соединенных между собой (см. рис. 1 ж). До соединения с упругим слоем, слой с ЭПФ подвергается псевдопластической (возвратимой) растягивающей деформации. Процесс соединения слоев производится при температуре ниже температуры мартенситного превращения. В результате, при нагреве и реализации ЭПФ сплав TiNiCu сокращается, а композит приобретает способность к обратимым изгибным деформациям при термоциклировании через мартенситный переход. Для изготовления микроразмерных образцов композитов с ЭПФ можно применять метод селективного ионного травления в камере установки ФИП (фокусированных ионных пучков). В работах [13; 14] исходным материалом для изготовления микроактюаторов служил быстрозакаленный сплав TiNiCu. Микроразмерные экспериментальные образцы псевдопластически деформированного сплава TiNiCu вырезались с помощью технологии ФИП, упругий слой композита создавался при помощи метода ионностимулированного осаждения платины на поверхность сплава в этой же установке. Точность обработки сплава ионным пучком достаточна для формирования структур с толщинами слоев до 30 нм. В результате был создан экспериментальный образец микроактюатора с ЭОПФ, который на сегодняшний день, по-видимому, имеет

наименьший размер и демонстрирует деформацию конца консоли – 780 нм при следующих размерах: длина – 3 мкм, толщина слоя с ЭПФ – 170 нм, толщина слоя платины – 150 нм.

Недостатком микроустройств данного типа является недостаточная надежность и недолговечность полученного композитного функционального материала, обусловленные тем, что из-за соединения разнородных материалов на границе слоя материала с ЭПФ и упругого слоя в процессе больших изгибных деформаций развиваются значительные механические напряжения, которые приводят к расслоению и потере работоспособности устройства, тем самым обуславливают неустойчивость устройства к циклическим нагрузкам.

В данной работе для решения этой проблемы предложено использовать технику сверхбыстрой закалки расплава на быстровращающемся барабане, в результате которой в материале формируются аморфный и кристаллический слои с неразрывным соединением структурных фаз на их границе. Особенность быстрозакаленных слоистых аморфно-кристаллических лент с ЭОПФ из сплава TiNiCu, заключается в том, что для их создания не требуется использование сложных операций и дополнительных термомеханических обработок, что повышает надежность и существенно понижает стоимость конечного изделия. Кроме того, размеры разрабатываемых на основе аморфно-кристаллических материалов с ЭОПФ микромеханических устройств могут быть существенно меньше размеров существующих устройств аналогичного действия.

Цель работы – исследование свойств быстрозакаленных аморфно-кристаллических тонких лент из сплава системы TiNi-TiCu, обладающих ЭОПФ, для создания на их основе микромеханических устройств различного назначения.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала для изготовления быстрозакаленных лент методом сверхбыстрой закалки из расплава (метод спиннингования расплава) был выбран сплав квазибинарной системы TiNi-TiCu с 25 ат. % Cu, обладающий эффектом памяти формы с узким гистерезисом превращения, что является необходимым условием для быстроедействующих микромеханических устройств [15–16]. Предварительно слитки сплава были приготовлены из сверхчистых металлов с шестикратной переплавкой в дуговой печи в атмосфере аргона. Полученные заготовки расплавились в кварцевом тигле в атмосфере гелия и экструдировались через узкое сопло в тигле на поверхность вращающегося медного диска. В результате этого процесса, происходящего со скоростью охлаждения расплава  $10^5$ – $10^6$  К/с, получали тонкие ленты толщиной 30–50 мкм и шириной от 1 до 2 мм в аморфно-кристаллическом состоянии.

Для определения структуры полученных быстрозакаленных лент были изготовлены их поперечные шлифы на оборудовании для металлографических исследований фирмы “Buehler”. Микроструктура образцов изучалась с помощью инвертированного металлографического микроскопа отраженного света “Carl Zeiss Axiovert 40 MAT”, сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) “FEI Quanta 600 FEG” и просвечивающего электронного микроскопа “JEOL JEM-200CX”. Рентге-

ноструктурный фазовый анализ проводился на дифрактометре “PANalytical Empyrean” в Cu K $\alpha$ -излучении. Исследование температурных интервалов мартенситного превращения проводилось методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) с помощью калориметра “STA 449 F1 Jupiter”, а также методами измерения температурной зависимости формоизменения при реализации ЭПФ.

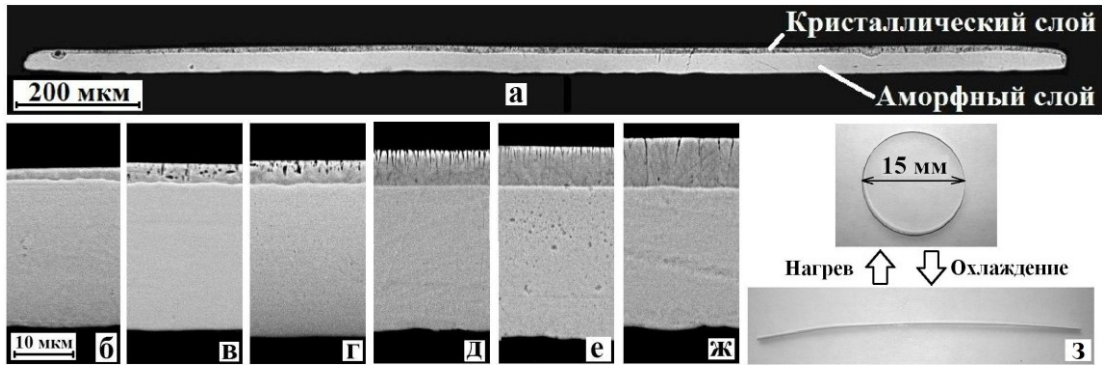
Для детальных структурных и термомеханических исследований был выбран типичный образец быстрозакаленной аморфно-кристаллической ленты общей толщиной около 40 мкм и средней толщиной кристаллического слоя 10 мкм, полученный при скорости охлаждения  $5,8 \cdot 10^5$  К/с.

Для исследования влияния толщины кристаллического слоя на свойства ЭОПФ была получена серия образцов с различным соотношением толщин аморфного  $d_{ам}$  и кристаллического  $d_{кр}$  слоев, но с фиксированной величиной  $d_{ам}$ . Поскольку прецизионно менять это соотношение (с неизменной  $d_{кр}$  или  $d_{ам}$ ) за счет изменения скорости охлаждения при спиннинговании расплава весьма затруднительно, в работе для этой цели использовался метод электрохимической полировки с резистивной защитой выбранной стороны ленты. В качестве раствора для электрохимической полировки использовался электролит марки PLS/3 производства «НТЦ ТЕХНОКОМ АС», а в качестве защитного резиста использовался акриловый лак. Утонение кристаллического слоя проводилось в режиме полировки при плотности тока на утоняемом образце от 2 до 3 мА/мм<sup>2</sup>.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В зависимости от скорости охлаждения расплава, определяемой технологическими параметрами процесса закалки, в лентах формируются аморфное, кристаллическое или аморфно-кристаллическое состояние [17–19]. При скоростях охлаждения расплава  $10^6$  К/с и выше весь объем ленты из сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  находится в аморфном состоянии, а при скоростях охлаждения расплава  $10^5$  К/с и ниже лента имеет кристаллическую структуру. При промежуточных значениях скорости охлаждения расплава ( $10^5$ – $10^6$  К/с) может происходить кристаллизация в объеме аморфной матрицы, и в итоге формируется аморфно-кристаллическая лента с неравномерно распределенной по объему кристаллической фазой [20; 21]. Однако при равномерном отводе тепла и соблюдении оптимальных технологических параметров спиннингования на неконтактной поверхности ленты образуется тонкий слой кристаллической фазы и формируется аморфно-кристаллическая лента с резкой границей, разделяющей аморфное и кристаллическое состояния на слои, т. е. лента представляет собой слоистый структурный композит (см. рис. 2).

За счет изменения скорости охлаждения расплава возможно варьирование соотношения толщин аморфного и кристаллического слоев. В частности, снижение скорости охлаждения от  $8,9 \cdot 10^5$  до  $4,2 \cdot 10^5$  К/с приводит к увеличению толщины кристаллического слоя от 2 до 12,5 мкм (см. рис. 2 а, 2 б, 2 г, 2 д, 2 е, 2 ж). При этом во всех образцах быстрозакаленных слоистых аморфно-кристаллических композитов наблюдается ЭОПФ с деформацией изгибом без дополнительной термомеханической обработки. Данный эффект заключается



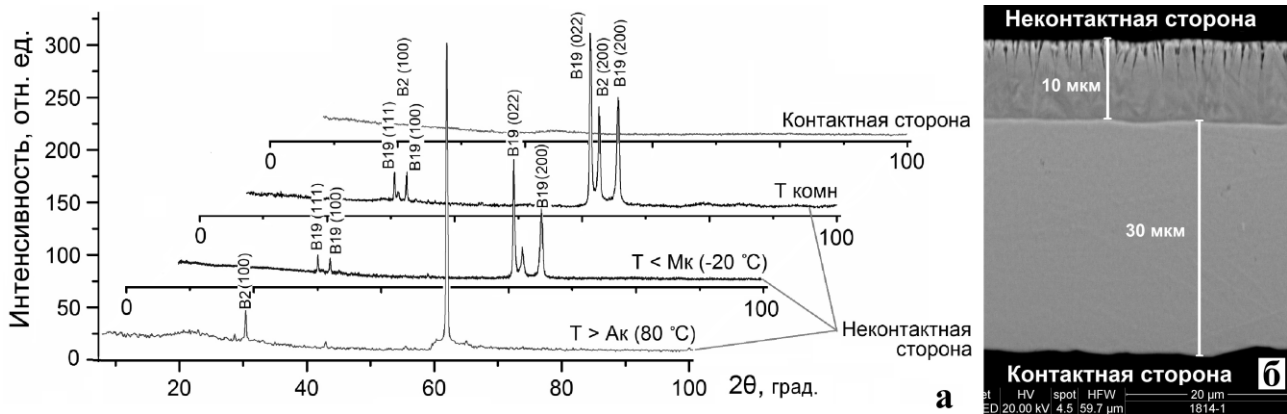
**Рис. 2.** СЭМ-изображения поперечного сечения слоистых аморфно-кристаллических лент из сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ , полученных при разных скоростях охлаждения расплава:  $7,7 \cdot 10^5$  (а, з);  $8,9 \cdot 10^5$  (б);  $8,3 \cdot 10^5$  (в);  $5,8 \cdot 10^5$  (д);  $5,3 \cdot 10^5$  (е);  $4,2 \cdot 10^5$   $K \cdot c^{-1}$  (ж); проявление ЭОПФ (з)

в следующем – в исходном состоянии при комнатной температуре образец имеет прямолинейную форму (см. рис. 2 з); при нагреве выше температуры  $A_n$  он начинает изгибаться и при температуре выше  $A_k$  ( $A_n$ ,  $A_k$  – температуры начала и конца обратного мартенситного превращения (МП) для сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ ) принимает форму близкую к кольцу. Например, для образца со средними значениями толщин кристаллического и аморфного слоев 10 мкм и 30 мкм, соответственно, радиус кольца составляет около 8 мм. Охлаждение образца до температуры ниже  $M_k$  (температуры конца прямолинейного МП) приводит к его возврату в исходное прямолинейное состояние. В дальнейшем данный эффект повторяется в цикле нагрев-охлаждение [19; 21]. Для каждого полученного образца были измерены средние значения толщин кристаллического и аморфного слоев ( $d_{кр}$  и  $d_{ам}$ , соответственно) и определен радиус изгиба  $R$  и кривизна ( $k=1/R$ ) выше температуры  $A_k$  при проявлении ЭОПФ. Минимальный радиус изгиба при реализации ЭОПФ, равный 6,3 мм, наблюдался в образце с толщиной кристаллического слоя  $d_{кр}=8,3$  мкм при общей толщине 32,5 мкм. Отмечено, что кривизна изгиба полученных образцов слоистого аморфно-кристаллического композита при реализации ЭОПФ с увеличением соотношения  $d_{кр}/d_{ам}$  практически линейно возрастает от 0 до  $0,16$   $mm^{-1}$ .

Методом рентгеноструктурного анализа были получены дифрактограммы контактной и неконтактной

(свободной) поверхностей аморфно-кристаллической ленты, которые представлены на рис. 3. При комнатной температуре (ниже  $M_k$ ) на дифрактограмме свободной поверхности ленты наблюдаются дифракционные пики как мартенситной фазы B19, так и аустенитной фазы B2. В то же время на дифрактограмме контактной стороны ленты характерные пики отсутствуют, что свидетельствует об аморфном состоянии этого слоя. При нагреве до  $80$  °C дифракционные пики мартенситной фазы B19 практически полностью исчезают, и наблюдаются только рефлексы высокотемпературной аустенитной фазы B2. Последующее охлаждение до комнатной температуры возвращает структуру в исходное состояние, а дальнейшее охлаждение до температуры  $-20$  °C приводит к уменьшению интенсивности дифракционных пиков аустенитной фазы B2. Таким образом, в кристаллическом слое на неконтактной поверхности ленты при нагреве и охлаждении происходит фазовое превращение  $B2 \leftrightarrow B19$ . Полученные результаты подтверждают тот факт, что сформированная быстрозакаленная лента представляет собой слоистый аморфно-кристаллический композит [20].

Электронно-микроскопические исследования поперечного сечения и свободной поверхности аморфно-кристаллического композита из сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  после полировки и последующего травления выявили резкую границу между аморфным и кристаллическим



**Рис. 3.** Типичные рентгенограммы быстрозакаленного слоистого аморфно-кристаллического композита из сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  при различных температурах (а) и его поперечное сечение (б)



слоями, а также показали, что кристаллический слой имеет столбчатую структуру (рис. 3 б). Наблюдаемые рентгеноскопические полные фигуры подтвердили, что кристаллический слой обладает ярко выраженной текстурированностью столбчатых кристаллов с малой разориентировкой по направлению [022]. Исследование микроструктуры кристаллического слоя методом просвечивающей электронной микроскопии позволило установить, что при комнатной температуре в зернах кристаллического слоя наблюдается характерная для мартенсита пластинчатая структура со средним размером пластин 30–80 нм, а микродифракционная картина от рассматриваемой области соответствует фазе ромбического мартенсита  $B19$ .

Для определения температурных интервалов МП и характеристических температур формоизменения быстрозакаленного выбранного типичного образца аморфно-кристаллического композита были выполнены циклы нагрева и охлаждения в интервале от 10 до 100 °С со скоростью 2 °С/мин в ДСК и специальной лабораторной установке контроля формоизменения. Обратимая изгибная деформация поверхности образцов при реализации ЭОПФ оценивалась с помощью выражения:

$$\varepsilon = d \cdot (2R)^{-1},$$

где  $d$  – толщина композита,

$R$  – радиус изгиба композита в аустенитном состоянии.

Температурная зависимость изгибной деформации  $\varepsilon$ , кривые ДСК и определенные из этих кривых значения критических температур формоизменения композита приведены на рис. 4. На полученных кривых ДСК видно, что в исходном образце наблюдаются характерные пики поглощения и выделения тепла, сопровождающие МП, в области температур 29–44 °С. Сравнение полученных значений температур формовосстановления с критическими температурами МП, полученными методом ДСК, подтверждают, что формоизменение ленты происходит за счет реализации ЭПФ вследствие протекания МП в кристаллическом слое. Циклические исследования формоизменения быстрозакаленного аморфно-кристаллического композита из сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  от температуры при реализации ЭОПФ в интервале МП

показали, что после 20000 циклов величина ЭОПФ не претерпевает значительных изменений [22; 23].

Для исследования влияния толщины кристаллического слоя на свойства ЭОПФ была получена серия образцов с различным соотношением толщин аморфного  $d_{ам}$  и кристаллического  $d_{кр}$  слоев, но с фиксированной величиной либо  $d_{ам}$ , либо  $d_{кр}$ . Поскольку прецизионно менять это соотношение (с неизменной толщиной кристаллического или аморфного слоя) за счет изменения скорости охлаждения при спиннинговании расплава весьма затруднительно, в работе для этой цели использовался метод электрохимической полировки с резистивной защитой требуемой поверхности аморфно-кристаллического композита. Было установлено, что с уменьшением толщины кристаллического слоя  $d_{кр}$  (при фиксированной толщине аморфного слоя  $d_{ам}$ ) происходит уменьшение кривизны изгиба  $k$  композита, соответствующей температуре выше  $A_k$  при реализации ЭОПФ, практически линейно с исходного состояния до нуля (при полном удалении кристаллического слоя), т.е. до исчезновения ЭОПФ. С уменьшением толщины аморфного слоя  $d_{ам}$ , при фиксированной толщине кристаллического слоя  $d_{кр}$ , кривизна изгиба  $k$  композита нелинейно увеличивается, причем при полном удалении аморфного слоя ЭОПФ не наблюдается [22].

На основе полученных экспериментальных результатов предложена структурная модель, объясняющая природу происходящих явлений в быстрозакаленном слоистом аморфно-кристаллическом композите. Формирование аморфно-кристаллической структуры сплава и появление ЭОПФ можно поэтапно описать следующим образом (см. рис. 5):

1. В процессе изготовления ленты часть расплава при попадании на закалочный медный диск затвердевает с образованием аморфной фазы, тогда как другая часть расплава затвердевает не на поверхности закалочного диска, а на уже образовавшемся аморфном слое сплава (см. рис. 5 а). При этом скорость охлаждения внешнего (неконтактного) слоя снижается, что при затвердевании приводит к формированию в этом слое кристаллической структуры.

2. Дальнейшее охлаждение кристаллического слоя должно было бы привести к его сокращению из-за

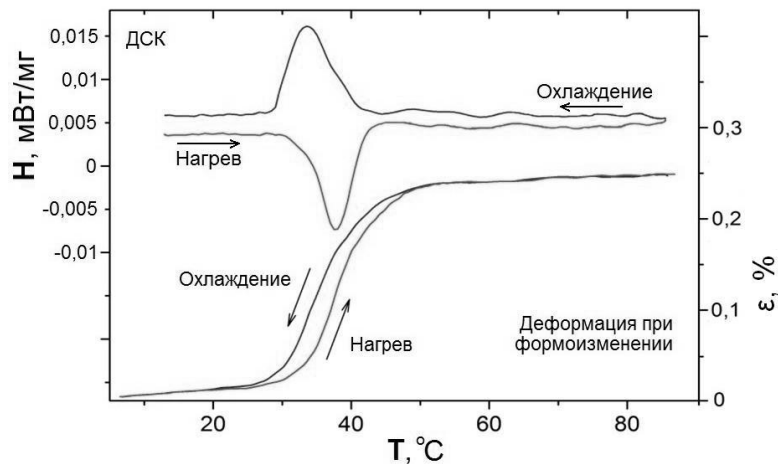
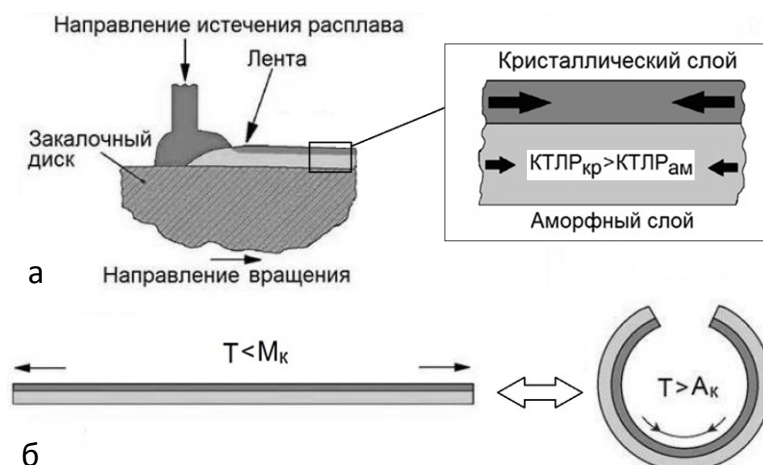


Рис. 4. Кривые ДСК и зависимость изгибной деформации быстрозакаленного аморфно-кристаллического композита от температуры



**Рис. 5.** Схематическое изображение процесса получения и формоизменения быстрозакаленного аморфно-кристаллического композита: заковка расплава на вращающемся медном диске (а), растяжение кристаллического слоя при последующем охлаждении и реализация ЭОПФ в цикле нагрев-охлаждение в интервале температур МП (б)

процесса термического сжатия, однако аморфный слой, имеющий меньший коэффициент термического линейного расширения, более высокую прочность и большую толщину, препятствует этому процессу.

3. В результате при охлаждении до комнатной температуры кристаллический слой оказывается растянутым (см. рис. 5 б).

4. Если такой композит нагреть выше температуры  $A_n$  в материале кристаллического слоя, то за счет реализации ЭПФ кристаллический слой будет стремиться к сжатию, что приведет к изгибу композита подобно биметаллической пластине (см. рис. 5 б). При охлаждении за счет упругости аморфного слоя композит возвращается в исходное состояние.

Такой подход хорошо объясняет экспериментально наблюдаемые в разработанном слоистом аморфно-кристаллическом композите явления, в частности, уменьшение кривизны изгиба  $k$  и степени изгибной деформации  $\varepsilon$  при уменьшении отношения  $d_{кр}$  к общей толщине ленты, а также исчезновение ЭОПФ при полном отсутствии аморфного или кристаллического слоя.

Способность аморфно-кристаллического композита из сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  к обратимой изгибной деформации была использована для создания макета микромеханического инструмента (микропинцета) [23; 24]. С этой целью из композитной ленты шириной 1 мм и толщиной около 40 мкм, с кристаллическим слоем около 10 мкм была сделана заготовка, состоящая из двух аморфно-кристаллических лент прижатых кристаллическим слоем к разделяющей их вставке из стальной пластины толщиной около 70 мкм, таким образом, чтобы при нагреве выступающие за разделительную пластину концы композита могли изгибаться навстречу друг другу (см. рис. 6), образуя зажимные части (губки) микропинцета. Из полученной заготовки изготавливалась требуемая форма микропинцета, в данном случае из выступающих функциональных элементов формировались зажимные части микропинцета зауженные с одной стороны до единиц микрометров. Для более точного захвата субмикро- и наноразмерных объ-

ектов на зажимных частях микропинцета могут быть дополнительно сформированы утоненные части губок или закреплены дополнительные элементы. После формирования зажимных частей излишки разделительной пластины удалялись. Размеры прототипа составляют  $1200 \times 600 \times 200$  мкм, причем зазор микропинцета изготовленного по данной технологии может регулироваться в диапазоне от 10 до 500 мкм в зависимости от размера захватываемых микрообъектов [23].

Изготовленный микропинцет после получения требуемой конфигурации зажимных частей микропинцета с помощью точечной сварки и последующей пайки закреплялся на тепло подводящей пластине. Изготовленный микропинцет может управляться нагревом от любого внешнего источника тепла. Одним из эффективных способов получения быстрого нагрева в локальной области является резистивный нагрев. Наиболее эффективным представляется, очевидно, планарный тонкопленочный нагреватель, расположенный непосредственно на поверхности пластины. Однако на данном этапе работ для управления микропинцетом был выбран серийный тонкопленочный нагреватель M1020 Pt1000 производства Heraeus Sensor Technology, на поверхность которого с помощью клея «Контактол» была закреплена теплоподводящая пластина с микропинцетом. Таким образом, был изготовлен микромеханический инструмент в виде микропинцета на основе аморфно-кристаллического композита с ЭОПФ. Данное устройство способно совершать обратимые перемещения зажимных частей при подаче электрического напряжения (около 10 В) на контакты тонкопленочного нагревателя, тем самым выполняя функцию микропинцета (см. рис. 7). При этом время смыкания зажимных частей на воздухе при нормальных условиях составило около 5 секунд. Время размыкания зажимных частей микропинцета сильно зависит от перегрева микропинцета относительно температуры  $M_n$  в момент начала отсчета времени размыкания, поэтому оно не приводится.

Для демонстрации процесса манипулирования микрообъектами с помощью изготовленного микропинцета,

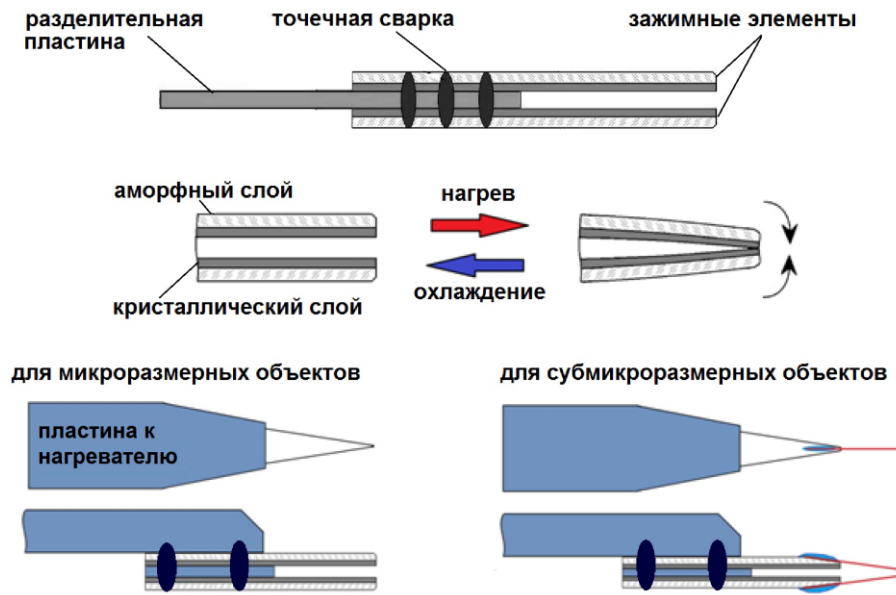


Рис. 6. Схематическое изображение процесса изготовления микропинцета

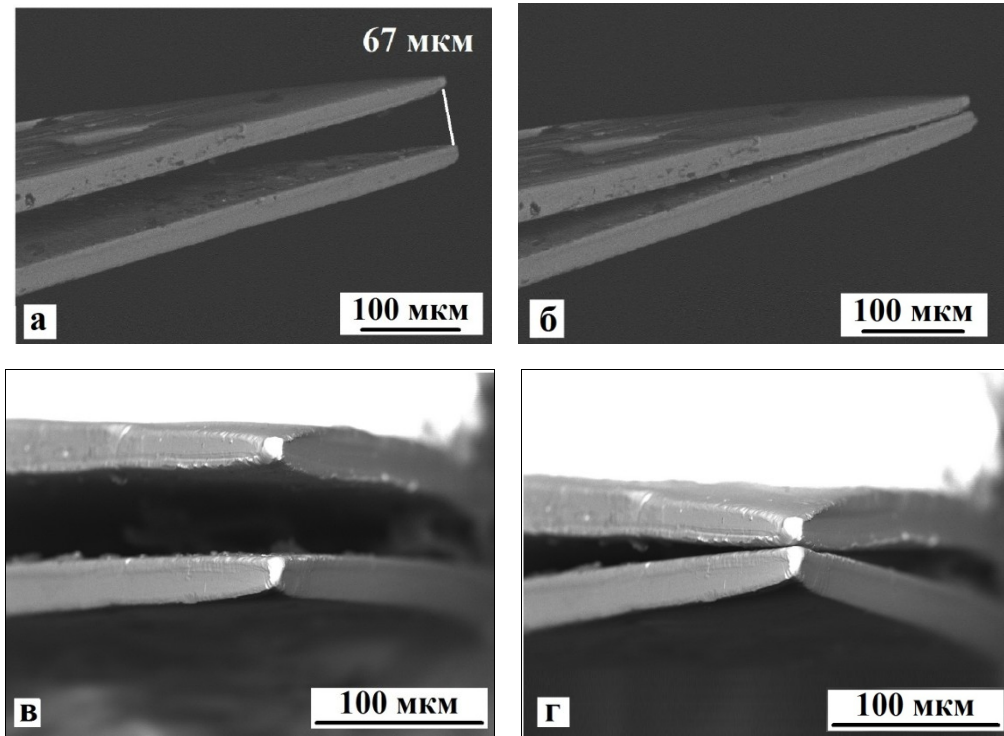


Рис. 7. СЭМ-изображения зажимных частей микропинцета в открытом (а, в) и закрытом состояниях (б, г)

устройство крепилось на подвижной части механического 3D-манипулятора КМ-2, позволяющего перемещать микропинцет с точностью до единиц микрометров. В качестве объекта манипулирования было использовано углеродное волокно диаметром от 30 до 50 мкм. Видеосъемка процесса производилась с помощью оптического микроскопа Digi Score II v3, раскадровка представлена на рис. 8. С помощью разработанного микропинцета продемонстрирован технологический процесс манипулирования микрообъектом: захват; удержание; перенос; освобождение.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Получены быстрозакаленные сплавы  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  с различным соотношением толщин аморфного и кристаллического слоев, проявляющие ЭОПФ с деформацией изгибом без дополнительной термомеханической обработки.

Установлено, что обратимое формоизменение аморфо-кристаллического ленточного композита происходит за счет протекания мартенситного превращения в кристаллическом слое и сопутствующего ему эффекта памяти формы.

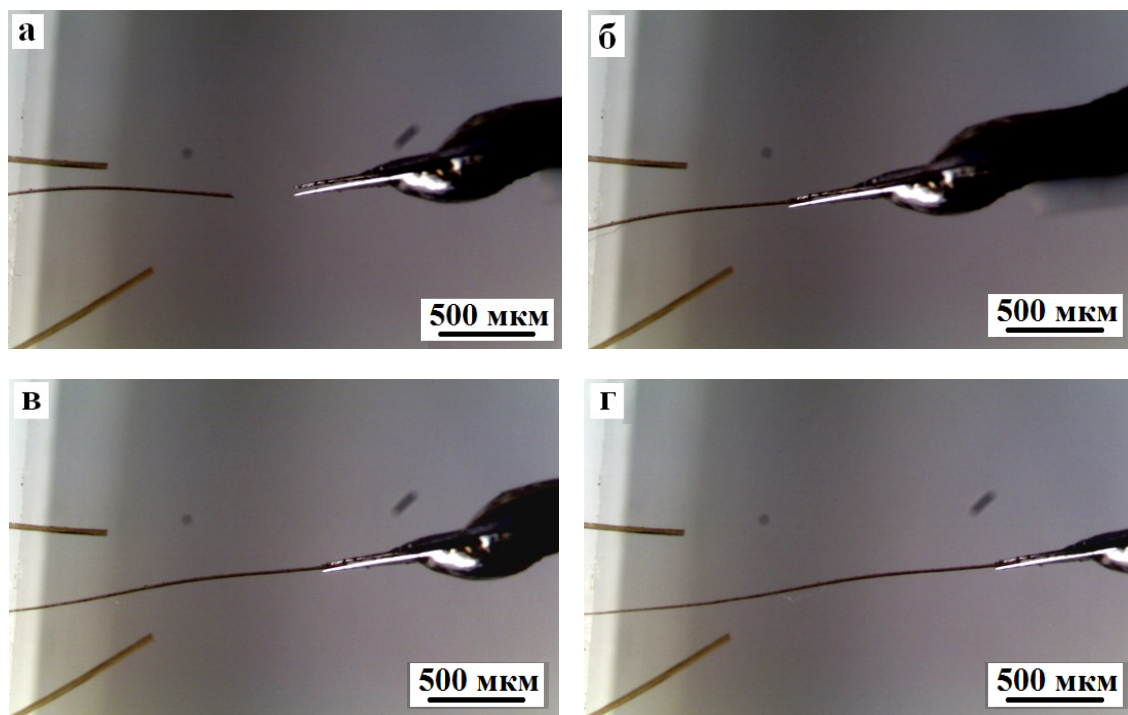


Рис. 8. Процесс манипулирования волокном с помощью микропинцета, закрепленного на манипуляторе: раскрытие пинцета (а), захват (б) и перемещение (в, г) волокна

Предложена качественная структурная модель композитного материала, состоящего из аморфного слоя и псевдопластически деформированного растяжением кристаллического слоя с эффектом памяти формы, которая корректно описывает механическое поведение композита при реализации ЭОПФ.

На основе полученного аморфно-кристаллического композита с ЭОПФ изготовлена серия микропинцетов с зазором, регулируемым в диапазоне от 10 до 500 мкм и более в зависимости от величины захватываемого объекта. Продемонстрирована возможность манипулирования микрообъектами (углеродными волокнами диаметром 30–50 мкм) с помощью изготовленного устройства. Разработанные микропинцеты могут быть использованы для захвата и перемещения микрообъектов различного происхождения размером от единиц до сотен мкм.

На основе полученных результатов продемонстрирована перспективность разработанного аморфно-кристаллического композита с ЭОПФ для создания на его основе миниатюрных функциональных элементов с ЭОПФ на изгиб для микромеханических устройств в различных областях техники, в частности, в микроэлектронике, робототехнике или микробиологии.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 31 16-32-60105\15.

Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Jani M. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities // *Materials and Design*. 2014. Vol. 56. P. 1078–1113.
- Razov A.I. Application of Titanium Nickelide-Based Alloys in Engineering // *The Physics of Metals and Metallography*. 2004. Vol. 97. № 1. P. 97–126.
- Chang W.-S., Araki, Y. Use of shape memory alloy in construction: a critical review // *Proceedings of the ICE – Civil Engineering*. 2016. Vol. 169. P. 87–95.
- Nespoli A., Besseghini S., Pittaccio S., Villa E., Viscuso S. The high potential of shape memory alloys in developing miniature mechanical devices: A review on shape memory alloy mini-actuators // *Sensors Actuators A: Physical*. 2010. Vol. 158. № 1. P. 149–160.
- Huang W.M., Tan J.P., Gao X.Y., Yeo J.H. Design, testing, and simulation of NiTi shape-memory alloy thin-film-based microgrippers // *Journal of Microlithography, Microfabrication, Microsystems*. 2003. Vol. 2. P. 185–190.
- Kumara S., Lakshmi M. Shape Memory Alloys and its Application in MEMS Devices // *International Journal of Current Engineering and Technology*. 2013. Vol. 3. № 2. P. 292–296.
- Irzhak A., Koledov V., Zakharov D., Lebedev G., Mashirov A., Afonina V., Akatyeva K., Kalashnikov V., Sitnikov N., Tabachkova N., Shelyakov A., Shavrov V. Development of laminated nanocomposites on the bases of magnetic and non-magnetic shape memory alloys: Towards new tools for nanotechnology // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 586. № 1. P. 464–468.
- Luo J.K., Flewitt A.J., Spearing S.M., Fleck N.A., Milne W.I. Comparison of microtweezers based on three lateral thermal actuator configurations // *Journal Micromechanics and Microengineering*. 2005. Vol. 15. P. 1294–302.
- Kim B., Lee M.G., Lee Y.P., Kim Y., Lee G. An earthworm-like micro robot using shape memory alloy actuator // *Sensor and Actuators A: Physical*. 2006. Vol. 125. P. 429–437.

10. Fu Y., Huang W., Du H. Characterization of TiNi shape-memory alloy thin films for MEMS applications // *Surface Coatings and Technology*. 2001. Vol. 145. P. 107–112.
11. Chakraborty I., Tang W.C., Bame D.P., Tang T.K. MEMS micro-valve for space applications // *Sensor and Actuators A: Physical*. 2000. Vol. 83. P. 188–193.
12. Афонина В.С., Захаров Д.И., Иржак А.В., Коледов В.В., Лега П.В., Маширов А.В., Пихтин Н.А., Ситников Н.Н., Тарасов И.С., Шавров В.Г., Шеляков А.В. Микромеханическое устройство, способ его изготовления и система манипулирования микро- и нанообъектами: патент РФ № 2458002, 2012.
13. Дикан В.А., Маширов А.В., Захаров Д.И., Маззаев П.В., Жихарев А.М., Калашников В.С., Коледов В.В., Фон Граговски С.В., Ситников Н.Н., Иржак А.В., Шеляков А.В., Шавров В.Г. Устройство манипулирования нанообъектами на основе двухслойного композита с эффектом памяти формы // *Радиотехника и электроника*. 2016. Т. 61. № 3. С. 293–302.
14. Irzhak A.V., Tabachkova N.Yu., Dikan D.A., Sitnikov N.N., Shelyakov A.V., Koledov V.V., Lega P.V., Shavrov V.G., Mashirov A.V., Von Gratowski S.V., Zhikharev A.M., Pokrovsky V.Y., Zibtsev S.Y., Zakharov D.V., Mazaev P., Berezin M.Y., Kasyanov N., Martynov G., Orlov A. The shape memory effect in nanoscale composites based on Ti<sub>2</sub>NiCu alloy // *IEEE 3M-NANO 2016: International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale*. China: Chongqing, 2017. P. 105–108.
15. Pushin V.G., Kuranova N.N., Pushin A.V. Structure and mechanical properties of shape-memory alloys of the Ti-Ni-Cu system // *Metal Science and Heat Treatment*. 2016. Vol. 57. P. 739–745.
16. Zhang H.J., Qiu C.J. Characterization and MEMS application of low temperature TiNi(Cu) shape memory thin films // *Materials Science and Engineering A*. 2006. Vol. 438–440. P. 1106–1109.
17. Люборский Ф.Е. Аморфные металлические сплавы. М.: Металлургия, 1987. 375 с.
18. Sitnikov N., Shelyakov A., Rizakhanov R., Mitina N., Khabibullina I. The effect of copper on structure of TiNiCu melt-spun ribbons // *Materials Today: Proceedings*. 2017. Vol. 4. P. 4680–4684.
19. Глезер А.М., Шурыгина Н.А. Аморфно- нанокристаллические сплавы. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2013. 452 с.
20. Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., Rizakhanov R.N., Ashmarin A.A. Forming the two-way shape memory effect in TiNiCu alloy via melt spinning // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2015. Vol. 79. № 9. P. 1134–1140.
21. Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., Korneev A.A., Rizakhanov R.N., Sokolova N.A. Fabrication and characterization of amorphous-crystalline TiNiCu melt-spun ribbons // *Journal of Alloys and Compounds*. 2013. Vol. 577. № 1. P. 251–254.
22. Ситников Н.Н., Шеляков А.В., Хабибуллина И.А., Сундеев Р.В. Особенности проявления эффекта памяти формы в сплаве Ti<sub>50</sub>Ni<sub>25</sub>Cu<sub>25</sub>, полученном методом быстрой закалки из расплава // *Деформация и разрушение материалов*. 2017. № 4. С. 15–21.
23. Ситников Н.Н., Шеляков А.В., Соколова Н.А., Хабибуллина И.А., Ризаханов Р.Н., Сундеев Р.В. Быстрозакаленные аморфно-кристаллические сплавы TiNiCu // *Сплавы с эффектом памяти формы: тезисы докладов Второй международной научной конференции к 85-летию со дня рождения В.А. Лихачева*. СПб.: ВВМ, 2016. С. 31–32.
24. Shelyakov A., Rozhkov D., Sitnikov N., Menushenkov A., Timofeev A., Berezin M. Micromechanical device based on amorphous-crystalline TiNiCu alloy // *Materials Today: Proceedings*. 2017. Vol. 4. P. 4870–4874.

## REFERENCES

- Jani M. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials and Design*, 2014, vol. 56, pp. 1078–1113.
- Razov A.I. Application of Titanium Nickelide-Based Alloys in Engineering. *The Physics of Metals and Metallography*, 2004, vol. 97, no. 1, pp. 97–126.
- Chang W.-S., Araki, Y. Use of shape memory alloy in construction: a critical review. *Proceedings of the ICE – Civil Engineering*, 2016, vol. 169, pp. 87–95.
- Nespoli A., Besseghini S., Pittaccio S., Villa E., Viscuso S. The high potential of shape memory alloys in developing miniature mechanical devices: A review on shape memory alloy mini-actuators. *Sensors Actuators A: Physical*, 2010, vol. 158, no. 1, pp. 149–160.
- Huang W.M., Tan J.P., Gao X.Y., Yeo J.H. Design, testing, and simulation of NiTi shape-memory alloy thin-film-based microgrippers. *Journal of Microlithography, Microfabrication, Microsystems*, 2003, vol. 2, pp. 185–190.
- Kumara S., Lakshmi M. Shape Memory Alloys and its Application in MEMS Devices. *International Journal of Current Engineering and Technology*, 2013, vol. 3, no. 2, pp. 292–296.
- Irzhak A., Koledov V., Zakharov D., Lebedev G., Mashirov A., Afonina V., Akatyeva K., Kalashnikov V., Sitnikov N., Tabachkova N., Shelyakov A., Shavrov V. Development of laminated nanocomposites on the bases of magnetic and non-magnetic shape memory alloys: Towards new tools for nanotechnology. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 586, no. 1, pp. 464–468.
- Luo J.K., Flewitt A.J., Spearing S.M., Fleck N.A., Milne W.I. Comparison of microtweezers based on three lateral thermal actuator configurations. *Journal Micro-mechanics and Microengineering*, 2005, vol. 15, pp. 1294–302.
- Kim B., Lee M.G., Lee Y.P., Kim Y., Lee G. An earthworm-like micro robot using shape memory alloy actuator. *Sensor and Actuators A: Physical*, 2006, vol. 125, pp. 429–437.
- Fu Y., Huang W., Du H. Characterization of TiNi shape-memory alloy thin films for MEMS applications. *Surface Coatings and Technology*, 2001, vol. 145, pp. 107–112.
- Chakraborty I., Tang W.C., Bame D.P., Tang T.K. MEMS micro-valve for space applications. *Sensor and Actuators A: Physical*, 2000, vol. 83, pp. 188–193.
- Afonina V.S., Zakharov D.I., Irzhak A.V., Koledov V.V., Lega P.V., Mashirov A.V., Pikhtin N.A., Sitnikov N.N., Tarasov I.S., Shavrov V.G., Shelyakov A.V. *Mikromekhanicheskoe ustroystvo, sposob ego izgotovleniya i sistema manipirovaniya mikro- i nanoobektami* [Micromechanical device, method of manufacture and

- system to manipulate micro- and nanoobjects], patent RF no. 2458002, 2012.
13. Dikan V.A., Zakharov D.I., Irzhak A.V., Mashirov A.V., Mazaev P.V., Zhikharev A.M., Kalashnikov V.S., Koledov V.V., von Gratoski S.V., Shavrov V.G., Sitnikov N.N., Shelyakov A.V. Device for nanoobject manipulation based on two-layer composite with shape memory. *Journal of Communications Technology and Electronics*, 2016, vol. 61, no. 3, pp. 302–310.
  14. Irzhak A.V., Tabachkova N.Yu., Dikan D.A., Sitnikov N.N., Shelyakov A.V., Koledov V.V., Lega P.V., Shavrov V.G., Mashirov A.V., Von Gratoski S.V., Zhikharev A.M., Pokrovsky V.Y., Zibtsev S.Y., Zakharov D.V., Mazaev P., Berezin M.Y., Kasyanov N., Martynov G., Orlov A. The shape memory effect in nanoscale composites based on Ti<sub>2</sub>NiCu alloy. *IEEE 3M-NANO 2016: International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale*. China, Chongqing Publ., 2017, pp. 105–108.
  15. Pushin V.G., Kuranova N.N., Pushin A.V. Structure and mechanical properties of shape-memory alloys of the Ti-Ni-Cu system. *Metal Science and Heat Treatment*, 2016, vol. 57, pp. 739–745.
  16. Zhang H.J., Qiu C.J. Characterization and MEMS application of low temperature TiNi(Cu) shape memory thin films. *Materials Science and Engineering A*, 2006, vol. 438–440, pp. 1106–1109.
  17. Lyuborskiy F.E. *Amorfnye metallicheskie splavy* [Amorphous metal alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1987. 375 p.
  18. Sitnikov N., Shelyakov A., Rizakhanov R., Mitina N., Khabibullina I. The effect of copper on structure of TiNiCu melt-spun ribbons. *Materials Today: Proceedings*, 2017, vol. 4, pp. 4680–4684.
  19. Glezer A.M., Shurygina N.A. *Amorfno-nanokristallicheskie splavy* [Amorphous-Nanocrystalline Alloys]. Moscow, FIZMATLIT Publ., 2013. 452 p.
  20. Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., Rizakhanov R.N., Ashmarin A.A. Forming the two-way shape memory effect in TiNiCu alloy via melt spinning. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2015, vol. 79, no. 9, pp. 1134–1140.
  21. Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., Korneev A.A., Rizakhanov R.N., Sokolova N.A. Fabrication and characterization of amorphous-crystalline TiNiCu melt-spun ribbons. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, vol. 577, no. 1, pp. 251–254.
  22. Sitnikov N.N., Shelyakov A.V., Khabibullina I.A., Sundeev R.V. Features of phenomenon of shape-memory effect in amorphous-crystalline TiNiCu alloys produced by melt-spinning technique. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2017, no. 4, pp. 15–21.
  23. Sitnikov N.N., Shelyakov A.V., Sokolova N.A., Khabibullina I.A., Rizakhanov R.N., Sundeev R.V. Quickly quenched amorphous-crystalline TiNiCu alloys. *Splavy s efektom pamyati formy: tezisy dokladov Vtoroy mezhdunarodnoy nauchnoy konferentsii k 85-letiyu so dnya rozhdeniya V.A. Likhacheva*. Sankt Petersburg, VVM Publ., 2016, pp. 31–32.
  24. Shelyakov A., Rozhkov D., Sitnikov N., Menushenkov A., Timofeev A., Berezin M. Micromechanical device based on amorphous-crystalline TiNiCu alloy. *Materials Today: Proceedings*, 2017, vol. 4, pp. 4870–4874.

#### RAPIDLY QUENCHED AMORPHOUS-CRYSTALLINE Ti<sub>50</sub>Ni<sub>25</sub>Cu<sub>25</sub> ALLOY RIBBONS WITH THE TWO-WAY SHAPE MEMORY EFFECT FOR THE MICROMECHANICAL DEVICES

© 2017

*N.N. Sitnikov*, PhD (Engineering), senior researcher

*I.A. Khabibullina*, engineer of 3<sup>rd</sup> category

*M.V. Keldysh Research Center, Moscow (Russia)*

*A.V. Shelyakov*, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor

*National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow (Russia)*

**Keywords:** micromechanical devices; micro-tweezers; alloys with shape memory effect; quenching from liquid state; amorphous-crystalline state; martensitic transformation.

**Abstract:** Using the single roller melt-spinning technique, thin Ti<sub>50</sub>Ni<sub>25</sub>Cu<sub>25</sub> alloy ribbons (at. %) in the amorphous-crystalline state (thickness of 30–50 micron and width from 1 to 2 mm) were produced. The study of the obtained samples using the scanning electronic microscopy and the X-ray diffraction phase analysis showed that, at the cooling rates of 10<sup>5</sup>–10<sup>6</sup> K/s, a ribbon was represented by a laminated amorphous-crystalline composite material, which showed a two-way shape memory effect (TWSME) behavior with the bending deformation without any additional thermo-mechanical treatment. It is determined that the rapidly quenched amorphous-crystalline composite forming is caused by the realization of shape memory effect through the martensitic transformations in the crystalline layer. The authors proposed the qualitative structural model of a composite material consisting of an amorphous layer and a pseudoplastically stretched crystal layer with the shape memory effect, which describes correctly the mechanical behavior of a composite under the TWSME. The capacity of developed amorphous-crystalline composite for the two-way bending deformation was used to create the miniature functional elements with the two-way shape memory for bending for the multipurpose micromechanical devices. In particular, on the basis of rapidly quenched Ti<sub>50</sub>Ni<sub>25</sub>Cu<sub>25</sub> laminated amorphous-crystalline composite alloy having the reversible bending shape memory with the crystal layer thickness of 10 μm and the amorphous layer thickness of 30 μm, the micro-tweezers with the gap adjustable in the range from 10 to 500 microns and more depending on the size of captured object were designed and produced. The developed tweezer-based device can be used to pick and move micro-objects of different origin with the size from units to hundreds of microns. The authors demonstrated the prospects of the developed amorphous-crystalline composite with the TWSME for the creation on its base of the miniature functional elements with the reversible bending shape memory for the micromechanical devices in various engineering fields such as microelectronics, robotics or microbiology.

## ВЛИЯНИЕ ФРИКЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ НА МИКРОМЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА NiCrBSi ПОКРЫТИЯ, ПОЛУЧЕННОГО ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКОЙ

© 2017

**Н.Н. Соболева**, кандидат технических наук,  
научный сотрудник лаборатории конструкционного материаловедения  
*Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*  
*Уральский Федеральный Университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург (Россия)*

**А.В. Макаров**, доктор технических наук,  
заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств  
*Институт физики металлов имени М.Н. Михеева*  
*Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*  
*Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*  
*Уральский Федеральный Университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург (Россия)*

**И.Ю. Малыгина**, кандидат технических наук,  
старший научный сотрудник лаборатории конструкционного материаловедения  
*Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)*

**Ключевые слова:** лазерная наплавка; NiCrBSi покрытия; ПГ-CP2; фрикционная обработка; микротвердость; микроиндентирование.

**Аннотация:** NiCrBSi покрытия находят широкое применение в различных отраслях промышленности как при восстановлении изношенных деталей, так и для улучшения качества поверхности новых изделий, подверженных в условиях эксплуатации воздействию высоких контактных нагрузок, температур и агрессивных сред. Возможно использование фрикционной обработки таких покрытий в качестве финишной операции. Это позволяет обеспечить одновременно дополнительное повышение прочностных и трибологических свойств, формирование благоприятных сжимающих напряжений, а также низкую шероховатость поверхности. В настоящей работе для оценки механических характеристик покрытия ПГ-CP2 (0,48 % C; 14,8 % Cr; 2,6 % Fe; 2,9 % Si; 2,1 % В; остальное – Ni) с фрикционно обработанным поверхностным слоем применялось микроиндентирование, позволяющее записывать диаграммы нагружения и разгрузки индентора, и измерения микротвердости при разных нагрузках (0,098–9,81 Н), обеспечивающие различную глубину внедрения индентора.

Сравнение данных микротвердости и микроиндентирования поверхности покрытия ПГ-CP2 в различном состоянии показало, что фрикционная обработка индентором из природного алмаза в аргоне, индентором из мелкодисперсного нитрида бора DBN на воздухе, индентором из твердого сплава ВК8 в аргоне при нагрузке 350 Н способствовала повышению микромеханических характеристик по сравнению с электрополированным состоянием. При этом наиболее эффективное упрочнение поверхностного слоя NiCrBSi покрытия достигается при обработке индентором из мелкодисперсного нитрида бора на воздухе при нагрузке 350 Н. Механическое шлифование на станке обеспечивает существенно меньшие уровни микромеханических характеристик, чем фрикционная обработка по такому режиму. Результаты микроиндентирования могут быть соотнесены с развитием различных механизмов изнашивания при абразивном воздействии и трении скольжения.

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время широкое применение для восстановления изношенных поверхностей разнообразных изделий находят NiCrBSi покрытия [1; 2]. При этом сформированные лазерной наплавкой NiCrBSi покрытия вследствие повышенной скорости охлаждения могут иметь преимущества в прочностных и трибологических свойствах по сравнению с покрытиями, сформированными плазменными [3; 4] и газоплазменными [5; 6] методами.

Ранее авторами для покрытия ПГ-CP2, сформированного газопорошковой лазерной наплавкой, была показана перспективность применения фрикционной обработки в качестве финишной поверхностно-деформационной обработки NiCrBSi покрытий [7–9]. Указанная обработка привела к формированию низкой шероховатости поверхности ( $Ra=25-80$  нм), а также обеспечила эффективное упрочнение и повышение износостойкости в условиях трения скольжения по стальной пластине [7; 8]. В последние годы для оценки механических характеристик хромоникелевых покрытий все шире

используются современные методы микроиндентирования, позволяющие записывать диаграммы нагружения и разгрузки индентора [6; 9–12].

Цель работы – определение микромеханических свойств поверхностных слоев NiCrBSi покрытий с фрикционно обработанным поверхностным слоем.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Материалом для покрытий служил порошок марки ПГ-CP2 (0,48 % C; 14,8 % Cr; 2,6 % Fe; 2,9 % Si; 2,1 % В; остальное – Ni). Наплавку покрытия на пластину из низкоуглеродистой стали Ст3 осуществляли в два прохода CO<sub>2</sub>-лазером непрерывного действия с мощностью излучения 1,4–1,6 кВт при скорости 160 мм/мин, расходе порошка 2,9–3,8 г/мин, размере лазерного пятна на поверхности 6×1,5 мм. Фрикционную обработку плоских наплавленных образцов с электрополированной поверхностью выполняли полусферическими инденторами из мелкодисперсного кубического нитрида бора, твердого сплава ВК8 и природного алмаза при нагрузке 350 Н на воздухе и в аргоне при пятикратном сканиро-

вании со средней скоростью 0,013 м/с, длине хода 18 мм, смещении индентора 0,1 мм на двойной ход.

Микротвердость по методу восстановленного отпечатка измеряли на микротвердомере Wilson & Wolpert 402 MVD при нагрузках 0,098–9,81 Н на индентор Виккерса. Инструментированное микроиндентирование с записью диаграммы нагружения проводили на измерительной системе Fischerscope HM2000 XYm с использованием индентора Виккерса и программного обеспечения WIN-HCU при максимальной нагрузке 0,245 Н согласно стандарту ISO 14577 [13]. Погрешность характеристик микротвердости и микроиндентирования по 10 измерениям определяли по величине среднеквадратичного отклонения с доверительной вероятностью  $p=0,95$ .

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

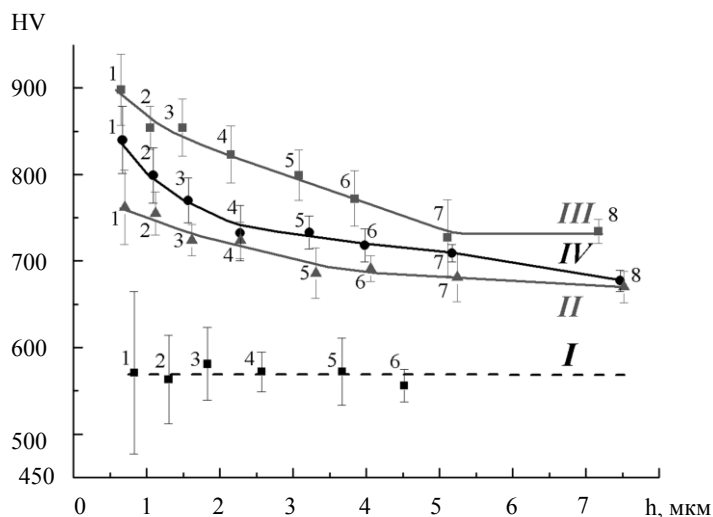
Фрикционная обработка скользящими полусферическими инденторами из различных твердых материалов (мелкодисперсный кубический нитрид бора, твердый сплав ВК8, алмаз) при определенных технологических режимах и выборе смазочно-охлаждающей технологической среды обеспечивает по сравнению с электрополированным состоянием и шлифовкой на станке более качественные поверхности с параметром шероховатости  $Ra=25-80$  нм и рост микротвердости покрытия (до 855 HV 0,025) [7]. Показано, что фрикционная обработка покрытия ПГ-СР2 индентором из мелкодисперсного кубического нитрида бора на воздухе при нагрузке 350 Н формирует сильно смешанную нано- и субмикрорекристаллическую структуру в тонком поверхностном слое толщиной 5–7 мкм при общей толщине упрочненного слоя до 100 мкм [8].

На рисунке 1 приведены распределения микротвердости по глубине поверхностных слоев наплавленного

лазером покрытия ПГ-СР2 после фрикционной обработки по трем перспективным режимам (индентором из природного алмаза в аргоне при нагрузке 350 Н; индентором из мелкодисперсного нитрида бора DBN на воздухе при нагрузке 350 Н; индентором из твердого сплава ВК8 в аргоне при нагрузке 350 Н), которые одновременно обеспечивают упрочнение и высокое качество обработанной поверхности [7]. Из рисунка 1 следует, что при всех рассмотренных режимах фрикционная обработка создает на поверхности рассматриваемого наплавленного покрытия упрочненный градиентный слой с максимальной микротвердостью (и, следовательно, наибольшей степенью деформации) непосредственно на поверхности образцов, при этом обработка индентором из DBN на воздухе при нагрузке 350 Н обеспечивает наиболее эффективное упрочнение по сравнению с двумя другими рассматриваемыми режимами фрикционной обработки не только на поверхности покрытия, но и в подповерхностных слоях.

На рисунке 2 приведены диаграммы непрерывного вдавливания при максимальной нагрузке на индентор Виккерса 0,245 Н, полученные микроиндентированием поверхностей покрытия ПГ-СР2 в электрополированном состоянии и после фрикционной обработки. Используя кривые нагружения (пологие кривые слева на диаграмме,  $a \rightarrow b$ ) и кривые разгрузки (более крутые кривые справа на диаграмме,  $b \rightarrow c$ ) по методу Оливера и Фарра [14] определялись представленные в таблице 1 характеристики, отражающие особенности механического поведения рассматриваемых покрытий при упруго-пластическом деформировании.

Приведенные в таблице 1 данные кинетического микроиндентирования показывают, что фрикционная



**Рис. 1.** Зависимости микротвердости HV поверхности покрытия ПГ-СР2 от глубины внедрения  $h$  наконечника Виккерса:

*a* – покрытие после электрополировки (I) и фрикционной обработки при нагрузке  $P=350$  Н инденторами из различных материалов в различных смазочно-охлаждающих технологических средах (II–IV):

II – индентором из природного алмаза в аргоне;

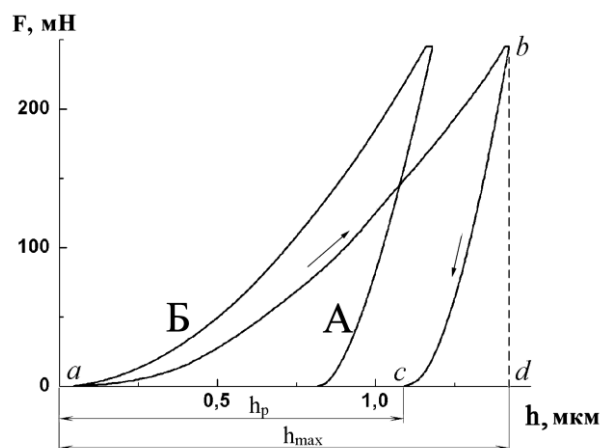
III – индентором из мелкодисперсного кубического нитрида бора DBN на воздухе;

IV – индентором из твердого сплава ВК8 в аргоне.

Цифры 1–8 на графиках соответствуют нагрузкам на индентор:

1 – 0,098 Н; 2 – 0,245 Н; 3 – 0,49 Н; 4 – 0,98 Н; 5 – 1,96 Н; 6 – 2,94 Н; 7 – 4,95 Н; 8 – 9,81 Н





**Рис. 2.** Примеры экспериментальных кривых «нагрузка  $F$  – перемещение индентора  $h$ » при микроиндентировании поверхностей образцов с покрытиями ПГ-СР2 после электрополировки (А) и фрикционной обработки при нагрузке 350 Н индентором из мелкодисперсного нитрида бора DBN на воздухе (Б) при максимальной нагрузке на индентор Виккерса 0,245 Н

**Таблица 1.** Результаты микроиндентирования при нагрузке на индентор 0,245 Н поверхностей образцов с покрытием ПГ-СР2 после электрополировки, шлифовки на станке и фрикционной обработки (ФО) при нагрузке 350 Н

Состояние образца	$h_{\max}$ , мкм	$h_p$ , мкм	НМ, ГПа	$H_{IT}$ , ГПа	$E^*$ , ГПа	$W_e$ , нДж	$W_t$ , нДж	$R_e$ , %	$H_{IT}/E^*$	$H_{IT}^3/E^{*2}$ , ГПа
Электрополировка	1,46±0,02	1,10±0,12	4,5±0,2	5,9±0,2	189±2	30±1	112±4	24,5	0,032	0,006
Шлифовка на станке	1,25±0,26	0,93±0,08	6,1±0,3	8,4±0,4	224±7	29±1	103±3	25,6	0,038	0,012
ФО индентором из природного алмаза в аргоне	1,24±0,01	0,90±0,06	6,2±0,1	8,8±0,2	208±2	32±1	102±2	27,3	0,043	0,016
ФО индентором из мелкодисперсного нитрида бора DBN на воздухе	1,19±0,02	0,82±0,06	6,8±0,2	10,1±0,3	202±5	35±1	98±2	30,8	0,050	0,025
ФО индентором из твердого сплава ВК8 в аргоне	1,24±0,01	0,89±0,07	6,2±0,1	8,9±0,2	201±2	33±1	103±1	28,5	0,044	0,017

обработка поверхности покрытия ПГ-СР2 по всем трем рассматриваемым режимам по сравнению с недеформированным электрополированным состоянием поверхности приводит к снижению значений максимальной и остаточной глубины вдавливания индентора  $h_{\max}$  и  $h_p$  (на рисунке 2 приведены для покрытия после электрополировки), а также росту значений твердости вдавливания при максимальной нагрузке  $H_{IT}$  и твердости по Мартенсу НМ, учитывающей не только пластическую, но и упругую деформации. Контактный модуль упругости поверхности покрытия  $E^*$  в результате фрикционной обработки изменяется незначительно (в пределах 9 %).

Повышается также работа обратной упругой деформации вдавливания  $W_e$ , которая определяется площадью под кривой разгрузки (на рисунке 2 для недеформированного покрытия это площадь фигуры  $cbd$ ). Величина

работы сил упругого последствия  $W_e$  зависит от отношения твердости к модулю упругости материала: вследствие роста этого отношения более значительная работа затрачивается на упругую деформацию и, следовательно, большая энергия упругой деформации высвобождается при снятии измерительной нагрузки [14].

Напротив, общая механическая работа вдавливания  $W_t$ , состоящая из работы пластической деформации и работы упругого восстановления и определяемая всей площадью под кривой нагружения (на рис. 2 для электрополированного покрытия это площадь фигуры  $abd$ ), для покрытий после обработки снижается (см. таблицу 1), так как более прочные и менее пластичные покрытия меньше деформируются под индентором.

Видно также, что после фрикционной обработки электрополированной поверхности в 1,1–1,6 раза возрастают значения упругого восстановления  $R = ((h_{\max} - h_p)/h_{\max}) \times 100\%$

[15–17] и отношения  $H_{IT}/E^*$  (удельная контактная твердость) [18]. Согласно [16; 19], это указывает на возросшую долю упругой деформации в общей деформации и, соответственно, на повышенную способность обработанного покрытия сопротивляться механическому воздействию до начала пластического деформирования. О повышенной способности хромоникелевых покрытий после фрикционной обработки деформироваться в упругой области свидетельствует [19] также рост работы обратной упругой деформации вдавливания  $W_e$  (см. таблицу 1).

Еще значительнее (до 4,2 раза) в результате фрикционной обработки возрастает отношение  $H^3/E^{*2}$  (см. таблицу 1), которому пропорционально напряжение течения  $P_y$  материала [20]. Это свидетельствует о повышенном сопротивлении пластическому деформированию (деформированию после начала пластического течения) материала покрытия, подвергнутого фрикционной обработке. Важно отметить, что из трех рассматриваемых режимов фрикционной обработки максимальные значения твердостей, упругого восстановления, отношений  $H_{IT}/E^*$  и  $H^3/E^{*2}$  при этом методе исследований отмечаются для образцов, обработанных индентором из DBN на воздухе при нагрузке 350 Н (см. таблицу 1).

Таким образом, и по данным измерений микротвердости с использованием метода восстановленного отпечатка (см. рисунок 1), и по данным кинетического микроиндентирования с записью диаграмм нагружения и разгрузки индентора (см. таблицу 1), наиболее эффективное упрочнение поверхностного слоя наплавленного лазером покрытия ПГ-СР2 достигается фрикционной обработкой индентором из мелкодисперсного нитрида бора на воздухе при нагрузке 350 Н.

Из данных таблицы 1 следует также, что механическое шлифование на станке обеспечивает меньшие уровни прочностных микромеханических характеристик, чем фрикционная обработка по указанному наиболее эффективному режиму.

Результаты микроиндентирования могут быть соотнесены с развитием различных механизмов изнашивания при абразивном воздействии и трении скольжения, что впервые было показано для сталей в работе [21]. В работе [9] для покрытия ПГ-СР2 установлено, что повышение износостойкости при трении скольжения, обусловленное сменой механизмов изнашивания, является следствием повышенной способности обработанного индентором поверхностного слоя деформироваться в упругой области без остаточного формоизменения, а также эффективнее сопротивляться пластическому деформированию после начала течения металла, на что указывают данные кинетического микроиндентирования.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Фрикционная обработка во всех рассмотренных случаях (индентором из природного алмаза в аргоне, индентором из мелкодисперсного нитрида бора DBN на воздухе, индентором из твердого сплава ВК8 в аргоне при нагрузке 350 Н) привела к повышению микромеханических характеристик поверхностных слоев покрытия ПГ-СР2 по сравнению с электрополированным состоянием. Максимальная микротвердость достигается на поверхности деформированных покрытий, при этом

наибольшее упрочнение обеспечивается применением фрикционной обработки индентором из мелкодисперсного нитрида бора DBN на воздухе. Это согласуется с данными кинетического микроиндентирования, которые свидетельствуют о повышенной способности обработанного по такому режиму поверхностного слоя деформироваться в упругой области без остаточного формоизменения, а также эффективнее сопротивляться пластическому деформированию после начала течения материала. Результаты микроиндентирования могут быть полезны для оценки влияния фрикционной обработки на сопротивление различным видам изнашивания NiCrBSi покрытий.

*Работа выполнена в соответствии с планом ФНИ Государственных академий наук на 2013–2020 годы по теме № 01201375904, в рамках государственного задания ФАНО России по темам «Структура» № 01201463331 (проект № 15-9-12-45), при частичной поддержке гранта РФФИ №16-38-00452\_мол\_а. Исследования проведены на оборудовании ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН.*

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Navas C., Colaco R., De Damborenea J., Vilar R. Abrasive wear behavior of laser clad and flame sprayed-melted NiCrBSi coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2006. Vol. 200. № 24. P. 6854–6862.
2. Fernández E., Cadenas M., González R., Navas C., Fernández R., Damborenea J.D. Wear behaviour of laser clad NiCrBSi coating // *Wear*. 2005. Vol. 259. № 7-12. P. 870–875.
3. Xu G., Kutsuna M., Liu Z., Zhang H. Characteristics of Ni-based coating layer formed by laser and plasma cladding processes // *Materials Science and Engineering A*. 2006. Vol. 417. № 1-2. P. 63–72.
4. Xu G., Kutsuna M., Liu Z. CO<sub>2</sub> laser cladding and plasma cladding of Ni-based alloy powder on the SUS316LN stainless steel // *JSME International Journal C*. 2006. Vol. 49. № 2. P. 370–378.
5. González R., Cadenas M., Fernández R., Cortizo J.L., Rodríguez E. Wear behaviour of flame sprayed NiCrBSi coating remelted by flame or by laser // *Wear*. 2007. Vol. 262. № 3-4. P. 301–307.
6. Gómez-del Río T., Garrido M.A., Fernández J.E., Cadenas M., Rodríguez J. Influence of the deposition techniques on the mechanical properties and microstructure of NiCrBSi coatings // *Journal of Materials Processing Technology*. 2008. Vol. 204. № 1-3. P. 304–312.
7. Соболева Н.Н., Макаров А.В., Малыгина И.Ю. Упрочняющая фрикционная обработка NiCrBSi лазерного покрытия // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2013. № 4. С. 79–85.
8. Soboлева N.N., Makarov A.V., Malygina I.Yu., Savrai R.A. Wear Resistance of a Laser-Clad NiCrBSi Coating Hardened by Frictional Finishing // *AIP Conference Proceedings*. 2016. Vol. 1785. № 030028.
9. Макаров А.В., Соболева Н.Н., Саврай Р.А., Малыгина И.Ю. Повышение микромеханических свойств и износостойкости хромоникелевого лазерного

- покрытия финишной фрикционной обработкой // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2015. № 4. С. 60–67.
10. Xuan H.-F., Wang Q.-Y., Bai S.-L., Liu Z.-D., Sun H.-G., Yan P.-C. A study on microstructure and flame erosion mechanism of a graded Ni–Cr–B–Si coating prepared by laser cladding // *Surface and Coatings Technology*. 2014. Vol. 244. P. 203–209.
  11. Serres N., Portha N., Machi F. Influence of salt fog aging tests on mechanical resistance of laser clad-coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2011. Vol. 205. P. 5330–5337.
  12. Houdková Š., Smazalová E., Vostřák M., Schubert J. Properties of NiCrBSi coating, as sprayed and remelted by different technologies // *Surface and Coatings Technology*. 2014. Vol. 253. P. 14–26.
  13. ISO 14577-1:2002. *Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method*. 31 p.
  14. Oliver W.C., Pharr J.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // *Journal of Materials Research*. 1992. Vol. 7. № 6. P. 1564–1583.
  15. Page T.F., Hainsworth S.V. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique // *Surface and Coatings Technology*. 1993. Vol. 61. № 1–3. P. 201–208.
  16. Петржик М.И., Левашов Е.А. Современные методы изучения функциональных поверхностей перспективных материалов в условиях механического контакта // *Кристаллография*. 2007. Т. 52. № 6. С. 1002–1010.
  17. Петржик М.И., Филонов М.Р., Печёркин К.А., Левашов Е.А., Олесова В.Н., Поздеев А.И. Износостойкость и механические свойства сплавов медицинского назначения // *Известия ВУЗов. Цветная металлургия*. 2005. № 6. С. 62–69.
  18. Фирстов С.А., Горбань В.Ф., Печковский Э.П. Новые методологические возможности определения механических свойств современных материалов методом автоматического индентирования // *Наука та інновації*. 2010. Т. 6. № 5. С. 7–18.
  19. Cheng Y.T., Cheng C.M. Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation // *Applied Physics Letters*. 1998. Vol. 73. № 5. P. 614–618.
  20. Mauryhofer P.H., Mitterer C., Musil J. Structure-property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings // *Surface and Coatings Technology*. 2003. Vol. 174–175. P. 725–731.
  21. Макаров А.В., Поздеева Н.А., Саврай Р.А., Юровских А.С., Малыгина И.Ю. Повышение износостойкости закаленной конструкционной стали наноструктурирующей фрикционной обработкой // *Трение и износ*. 2012. Т. 33. № 6. С. 587–598.
  22. clad NiCrBSi coating. *Wear*, 2005, vol. 259, no. 7-12, pp. 870–875.
  23. Xu G., Kutsuna M., Liu Z., Zhang H. Characteristics of Ni-based coating layer formed by laser and plasma cladding processes. *Materials Science and Engineering A*, 2006, vol. 417, no. 1-2, pp. 63–72.
  24. Xu G., Kutsuna M., Liu Z. CO<sub>2</sub> laser cladding and plasma cladding of Ni-based alloy powder on the SUS316LN stainless steel. *JSME International Journal C*, 2006, vol. 49, no. 2, pp. 370–378.
  25. González R., Cadenas M., Fernández R., Cortizo J.L., Rodríguez E. Wear behaviour of flame sprayed NiCrBSi coating remelted by flame or by laser. *Wear*, 2007, vol. 262, no. 3-4, pp. 301–307.
  26. Gómez-del Río T., Garrido M.A., Fernández J.E., Cadenas M., Rodríguez J. Influence of the deposition techniques on the mechanical properties and microstructure of NiCrBSi coatings. *Journal of Materials Processing Technology*, 2008, vol. 204, no. 1-3, pp. 304–312.
  27. Soboleva N.N., Makarov A.V., Malygina I.Yu. Hardening frictional treatment of NiCrBSi laser clad coating. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2013, no. 4, pp. 79–85.
  28. Soboleva N.N., Makarov A.V., Malygina I.Yu., Savrai R.A. Wear Resistance of a Laser-Clad NiCrBSi Coating Hardened by Frictional Finishing. *AIP Conference Proceedings*, 2016, vol. 1785, no. 030028.
  29. Makarov A.V., Soboleva N.N., Savrai R.A., Malygina I.Yu. The improvement of micromechanical properties and wear resistance of chrome-nickel laser coating using the finishing friction treatment. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2015, no. 4, pp. 60–67.
  30. Xuan H.-F., Wang Q.-Y., Bai S.-L., Liu Z.-D., Sun H.-G., Yan P.-C. A study on microstructure and flame erosion mechanism of a graded Ni–Cr–B–Si coating prepared by laser cladding. *Surface and Coatings Technology*, 2014, vol. 244, pp. 203–209.
  31. Serres N., Portha N., Machi F. Influence of salt fog aging tests on mechanical resistance of laser clad-coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2011, vol. 205, pp. 5330–5337.
  32. Houdková Š., Smazalová E., Vostřák M., Schubert J. Properties of NiCrBSi coating, as sprayed and remelted by different technologies. *Surface and Coatings Technology*, 2014, vol. 253, pp. 14–26.
  33. ISO 14577-1:2002. *Metallic materials. Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method*. 31 p.
  34. Oliver W.C., Pharr J.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *Journal of Materials Research*, 1992, vol. 7, no. 6, pp. 1564–1583.
  35. Page T.F., Hainsworth S.V. Using nanoindentation techniques for the characterization of coated systems: a critique. *Surface and Coatings Technology*, 1993, vol. 61, no. 1–3, pp. 201–208.
  36. Petrzhik M.I., Levashov E.A. Modern methods for investigating functional surfaces of advanced materials by mechanical contact testing. *Crystallography Reports*, 2007, vol. 52, no. 6, pp. 966–974.

## REFERENCES

1. Navas C., Colaco R., De Damborenea J., Vilar R. Abrasive wear behavior of laser clad and flame sprayed-melted NiCrBSi coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2006, vol. 200, no. 24, pp. 6854–6862.
2. Fernández E., Cadenas M., González R., Navas C., Fernández R., Damborenea J.D. Wear behaviour of laser

17. Petrzhik M.I., Filonov M.R., Pecherkin K.A., Levashov E.A., Olesova V.N., Pozdeev A.I. Wear resistance and mechanical properties of medical alloys. *Izvestiya vuzov. Tsvetnaya metallurgiya*, 2005, no. 6, pp. 62–69.
18. Firstov S.A., Gorban V.F., Pechkovsky E.P. New methodological opportunities of modern materials mechanical properties definition by the automatic indentation method. *Nauka ta innovatsii*, 2010, vol. 6, no. 5, pp. 7–18.
19. Cheng Y.T., Cheng C.M. Relationships between hardness, elastic modulus and the work of indentation. *Applied Physics Letters*, 1998, vol. 73, no. 5, pp. 614–618.
20. Mayrhofer P.H., Mitterer C., Musil J. Structure-property relationships in single- and dual-phase nanocrystalline hard coatings. *Surface and Coatings Technology*, 2003, vol. 174–175, pp. 725–731.
21. Makarov A.V., Pozdeeva N.A., Savray R.A., Yurovskikh A.S., Malygina I.Yu. Improvement of wear resistance of quenched structural steel by nanostructuring frictional treatment. *Journal of friction and wear*, 2012, vol. 33, no. 6, pp. 433–442.

#### THE INFLUENCE OF FRICTIONAL TREATMENT ON THE MICROMECHANICAL PROPERTIES OF NiCrBSi COATING PRODUCED BY LASER CLADDING

© 2017

**N.N. Soboleva**, PhD (Engineering), researcher of Laboratory of Constructional Material Science  
*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*  
*Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg (Russia)*

**A.V. Makarov**, Doctor of Sciences (Engineering),

Head of Department of Materials Science and Laboratory of Mechanical Properties

*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*  
*M.N. Miheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*  
*Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg (Russia)*

**I.Yu. Malygina**, PhD (Engineering), senior researcher of Laboratory of Constructional Material Science  
*Institute of Engineering Science, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**Keywords:** laser cladding; NiCrBSi coatings; PG-SR2; frictional treatment; microhardness; microindentation.

**Abstract:** The NiCrBSi coatings are widely used in various industries, both when retailoring the worn parts, and when improving the surface quality of new products exposed to the high contact stresses, temperatures and corrosive environments under the operating conditions. It is possible to use the frictional treatment of such coatings as a finishing operation. It allows providing the additional increase in strength and tribological properties, the formation of favorable compressive stresses, and the low surface roughness as well. In this paper, to evaluate the mechanical characteristics of the PG-CP2 coating (0.48 % C; 14.8 % Cr; 2.6 % Fe; 2.9 % Si; 2.1 % B; the rest is Ni) with the frictionally treated surface layer, the authors used the microindentation allowing the recording of the indenter loading and unloading diagrams, and the measuring of microhardness at different loads (0.098–9.81 N) ensuring various depths of indenter penetration. The comparison of data of the PG-CP2 coating surface microhardness and microindentation in various states showed that the frictional treatment with the natural diamond indenter in argon, the dispersed boron nitride (DBN) indenter in air, and the hard alloy (BK8) indenter in argon at the load of 350 N promoted the increase in the micromechanical characteristics in comparison with the electropolished state. The most effective hardening of the NiCrBSi coating surface layer is achieved when treated with the dispersed boron nitride indenter in the air at the load of 350 N. The mechanical on-machine grinding provides the significantly lower levels of micromechanical characteristics than the frictional treatment under this mode. The microindentation results can be correlated with the development of various wear mechanisms during the abrasive action and sliding friction.

## ОЦЕНКА ВОЗДЕЙСТВИЯ КАРБОНИТРАЦИИ НА ПОЛОЖЕНИЕ ПОРОГА ХЛАДНОЛОМКОСТИ В СРЕДНЕУГЛЕРОДИСТЫХ ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЯХ

© 2017

*А.В. Степанчукова*, инженер-металловед лаборатории «Металловедение и термическая обработка»

*Е.Ю. Приймак*, кандидат технических наук,  
заведующий лабораторией «Металловедение и термическая обработка»  
ОАО «Завод бурового оборудования», Оренбург (Россия)

*И.Л. Яковлева*, доктор технических наук, главный научный сотрудник  
*Н.А. Терещенко*, кандидат технических наук, старший научный сотрудник  
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения  
Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

*Е.Ю. Чирков*, кандидат технических наук,  
специалист II уровня по разрушающему контролю лаборатории «Надежность»  
АНО «Технопарк ОГУ», Оренбург (Россия)

**Ключевые слова:** бурильная труба; карбонитрация; отпускная хрупкость; порог хладноломкости; ударная вязкость; 30ХГСА; 40ХН2МА; 38ХМА; 40Г2; Drillmax 850; ХЈУ850.

**Аннотация:** Последние 10–15 лет в мировой промышленной практике отмечается высокий интерес к процессам низкотемпературного насыщения железных сплавов азотом или совместно азотом и углеродом. Именно таким методом является быстро прогрессирующая технология – карбонитрация. Суть процесса заключается в одновременном насыщении стальной поверхности азотом и углеродом в расплаве солей при температуре 540...580 °С. В результате карбонитрации на поверхности изделия достигается высокая твердость, повышается износостойкость и усталостная прочность, возрастает сопротивление коррозии.

Однако, несмотря на существенные достижения в этом направлении, многие вопросы до настоящего времени не выяснены или остаются предметом дискуссий, в том числе влияние температуры нагрева под карбонитрацию на возможность проявления обратимой отпускной хрупкости в среднеуглеродистых легированных сталях. В статье изучено воздействие карбонитрации на свойства основного металла, в частности на его склонность к хрупкому разрушению. Выявлено изменение положения порога хладноломкости сталей марок 30ХГСА, 40ХН2МА, 38ХМА и 40Г2 как в исходном состоянии, так и после воздействия карбонитрации. Методом фрактографического анализа установлен характер разрушения исследуемых сталей и произведена оценка доли вязкой составляющей в изломе ударных образцов. Показано, что склонность к проявлению отпускной хрупкости в исследуемых сталях различна и в значительной степени зависит от их химического состава. Приведены результаты полевых испытаний бурильных труб с резьбовыми соединениями из стали 30ХГСА, 40ХН2МА, 38ХМА и 40Г2 в различных климатических зонах. Рекомендованы стали для изготовления замковых соединений бурильных труб с поверхностным упрочнением резьбы методом карбонитрации для работы в условиях низких температур.

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время наиболее прогрессивным методом геологоразведки на твердые полезные ископаемые является метод бурения трубами со съемными керноприемниками (ССК), известный за рубежом как Wireline [1–3]. Самым ответственным элементом труб линейки Wireline является замковое соединение. К этому элементу бурильной трубы предъявляются наиболее жесткие требования по прочности, стойкости к воздействию знакопеременных нагрузок и износостойкости резьбы [4; 5]. С целью поверхностного упрочнения резьбовых соединений бурильных труб на ОАО «Завод бурового оборудования» (г. Оренбург) используют химико-термическую обработку – карбонитрацию [6–11]. В предыдущей работе [12] проведена оценка эффективности применения процесса карбонитрации для поверхностного упрочнения бурильных труб различных марок сталей. Показано, что в среднеуглеродистых легированных сталях формируется слой из карбонитридных фаз, толщина которого определяется системой легирования стали и продолжительностью изотермической выдержки при карбонитрации; резьбовые соединения из них выдерживают более 4–5 млн циклов до разрушения при изгибающем моменте 770 Н·м.

Условия работы бурильных труб в геологоразведочной отрасли включают необходимость эксплуатации при отрицательных температурах [13]. Между тем температура изотермической выдержки при нагреве под карбонитрацию располагается в температурном интервале проявления обратимой отпускной хрупкости среднеуглеродистых легированных сталей [14]. Поэтому термический цикл карбонитрации является дополнительным отпуском, который может оказывать влияние на хладостойкие свойства основного металла трубы.

Цель работы – изучение влияния термического цикла нагрева под карбонитрацию на ударную вязкость и характер разрушения при отрицательных температурах среднеуглеродистых легированных сталей, используемых для изготовления резьбовых соединений бурильных труб.

### ОБЪЕКТЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследование проводилось на среднеуглеродистых сталях 30ХГСА, 40ХН2МА отечественного производства, предназначенных для изготовления замковых соединений бурильных труб, и сталей Drillmax 850 производства Salzgitter Mannesmann (Франция), ХЈУ850 производства Ningbo New-era steel Tube Co. (Китай), которые

использовались для изготовления цельных бурильных труб ввиду высоких механических свойств исходных заготовок до карбонитрации. Сталь Drillmax 850 соответствует российскому аналогу марки 40Г2, а сталь ХЮ850 – аналогу марки 38ХМА. Химический состав исследуемых сталей приведен в таблице 1.

Термическая обработка сталей 30ХГСА, 40ХН2МА и 38ХМА включала закалку и высокий отпуск. Заготовка из стали 40Г2 подвергалась холодной деформации в несколько проходов с последующим отжигом в проходных печах при температуре 550 °С в течение 10 мин. Часть заготовок подвергалась дополнительной термической обработке, соответствующей режиму карбонитрации. Термический цикл карбонитрации осуществляли в расплаве солей 80 % K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> + 20 % KCNO при температуре 560 °С в течение 20 мин.

Механические свойства при растяжении определяли по ГОСТ 1497-84 [15]. Твердость измеряли на твердомере ТК-14-250 методом Роквелла [16]. Испытания на ударный изгиб проводили на маятниковом копре RESIL 300J производства фирмы CEAST при температурах 20, 0, -20, -40 и -60 °С на образцах размером 5×10×55 мм с U-надрезом согласно ГОСТ 9454-78 [17]. Образцы из сталей 40Г2 были вырезаны из трубной заготовки диаметром 70 мм и толщиной стенки 5 мм вдоль направления деформации.

Фрактографический анализ изломов проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа JEOL-6000 NeoScore производства фирмы JEOL. Долю хрупкой составляющей в изломах оценивали методом эталонной сетки.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Механические свойства исследуемых сталей при комнатной температуре приведены в таблице 2. Термическая обработка обеспечивает сталям 30ХГСА, 40ХН2МА, 38ХМА и 40Г2 примерно одинаковый комплекс прочностных и пластических свойств.

На рис. 1 представлены результаты определения величины KCU после испытаний на ударный изгиб. Из

всех исследуемых марок сталей сталь 30ХГСА имеет наиболее высокие значения ударной вязкости при комнатной температуре, равные в среднем KCU=120 Дж/см<sup>2</sup>. Однако с понижением температуры до -60 °С величина ударной вязкости материала уменьшается практически в два раза, достигая значения 65 Дж/см<sup>2</sup>. Воздействие повторного нагрева при карбонитрации не оказывает значительного влияния на ударную вязкость исследуемой стали по сравнению с исходным состоянием (рис. 1 а).

Для сталей 40ХН2МА и 38ХМА характерно сохранение запаса вязкости материала при отрицательных температурах (рис. 1 б, 1 в). Величина ударной вязкости при комнатной температуре находится в интервале 92...117 Дж/см<sup>2</sup>, с понижением температуры испытаний изменяется незначительно (в среднем на 7...10 %) и при -60 °С составляет 81...109 Дж/см<sup>2</sup>. Повторный нагрев, так же как и в стали 30ХГСА, практически не влияет на характер изменения ударной вязкости с температурой.

Иная картина наблюдается со сталью 40Г2. При понижении температуры испытания с +20 до -60 °С величина ударной вязкости в исходном состоянии изменяется довольно значительно (на 20 %), с 89...81 Дж/см<sup>2</sup> до 68...81 Дж/см<sup>2</sup>. Повторный нагрев стали 40Г2 при карбонитрации оказывает наиболее негативное воздействие по сравнению с двумя предыдущими сталями: вне зависимости от температуры испытания значения ударной вязкости уменьшаются на 20–25 % (рис. 1 г).

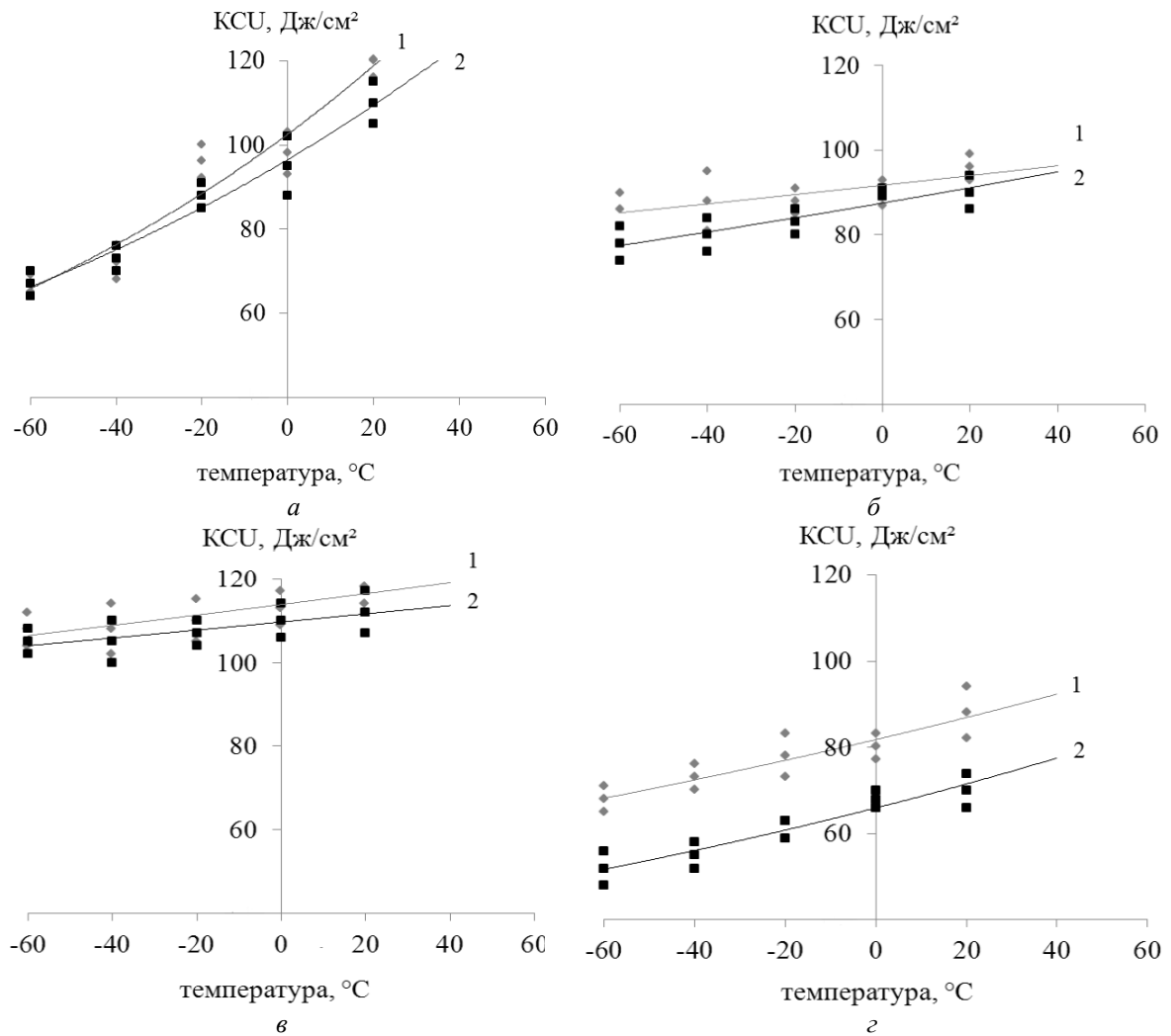
Наиболее детально выявить характер разрушения исследуемых сталей позволяет метод микрофрактографического анализа (рис. 2–5) [18], на основе которого были построены графические зависимости изменения доли вязкой составляющей в изломах от температуры испытаний (рис. 6). Анализ изломов стали 30ХГСА в исходном состоянии показал (рис. 2 а), что при комнатной температуре наблюдается преимущественно вязкий характер (более 90 % от площади). По мере понижения температуры испытания наряду с вязкой составляющей в изломе появляются участки, состоящие из фасеток межзеренного скола (рис. 3 в, 3 д); доля вязкого разрушения уменьшается и составляет 50–55 % и 20–25 %

Таблица 1. Химический состав исследуемых сталей, масс. %

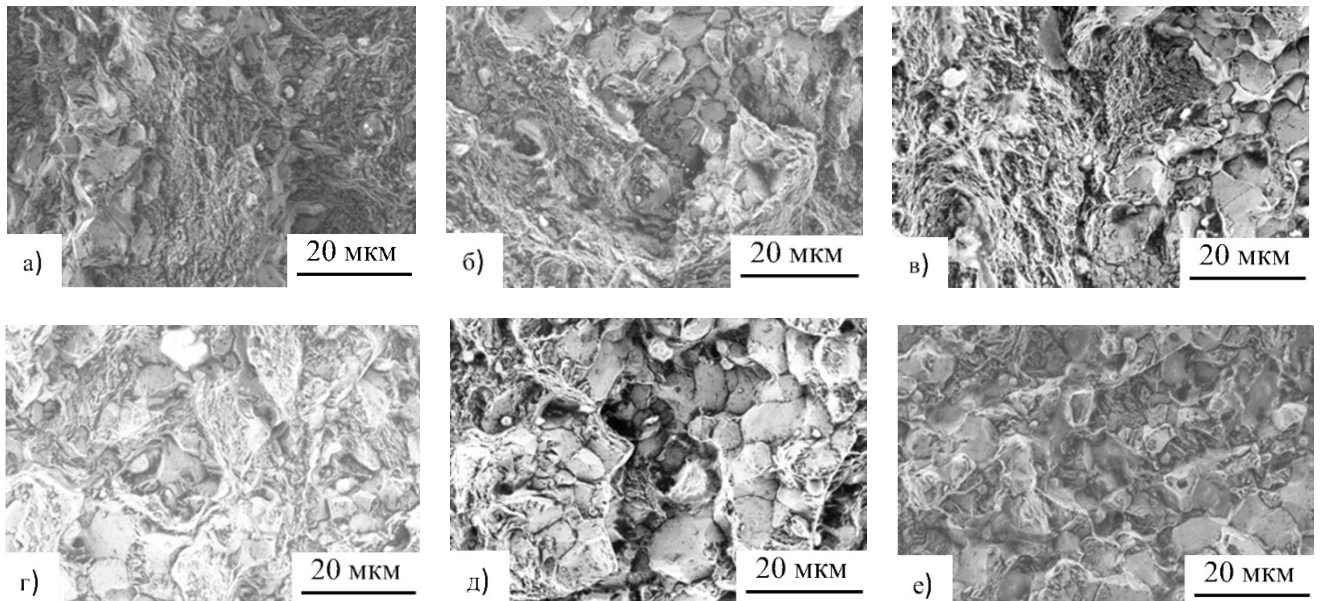
Марка стали	C	Si	Mn	Cr	Mo	S	P	Ni
30ХГСА	0,31	1,20	1,10	1,10	–	0,004	0,008	<0,03
40ХН2МА	0,39	0,22	0,65	0,69	0,17	0,013	0,009	1,29
38ХМА	0,38	0,25	0,53	0,93	0,21	0,009	0,011	0,05
40Г2	0,40	0,25	1,65	0,18	0,02	0,004	0,008	0,03

Таблица 2. Механические свойства сталей в исходном состоянии при температуре испытания +20 °С

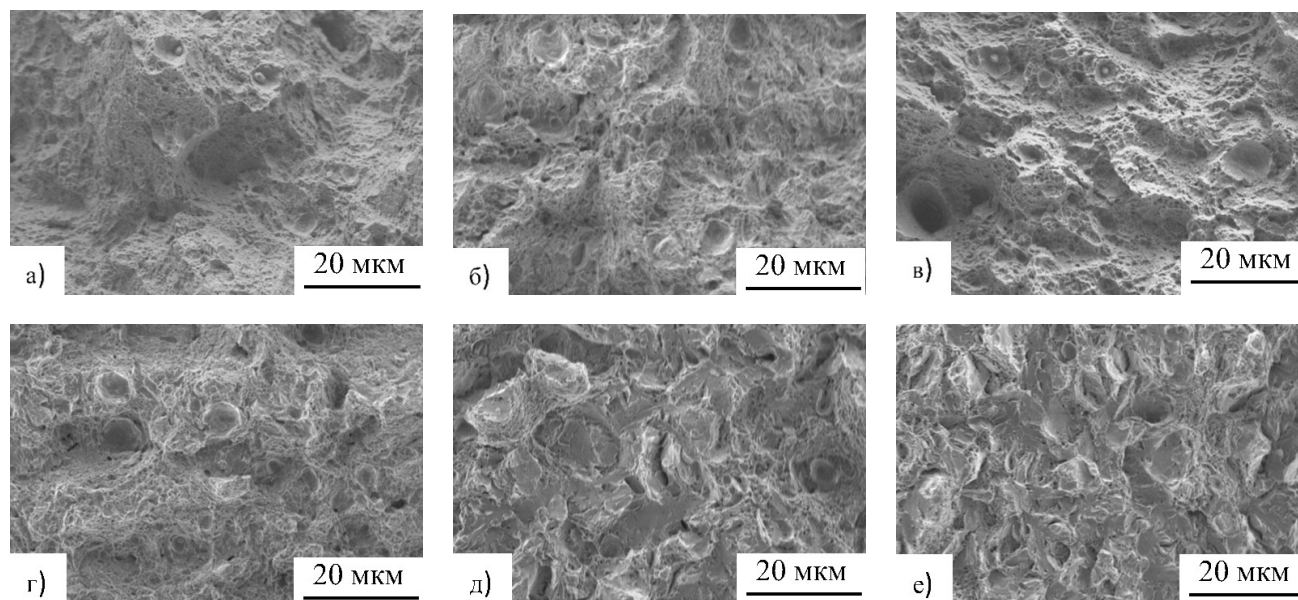
Марка стали	Термическая обработка	HRC	σ <sub>02</sub> , МПа	σ <sub>B</sub> , МПа	δ <sub>5</sub> , %	KCU, Дж/см <sup>2</sup>
30ХГСА	закалка 890 °С/масло, отпуск 600 °С/вода	32	900	1010	11	120
40ХН2МА	закалка 850 °С/масло, отпуск 580 °С/вода	36	1140	1250	9	92
38ХМА	закалка 850 °С/вода, отпуск 580 °С/воздух	33	950	1019	10	117
40Г2	отжиг 550 °С (10 мин)	30	1050	1130	12	89



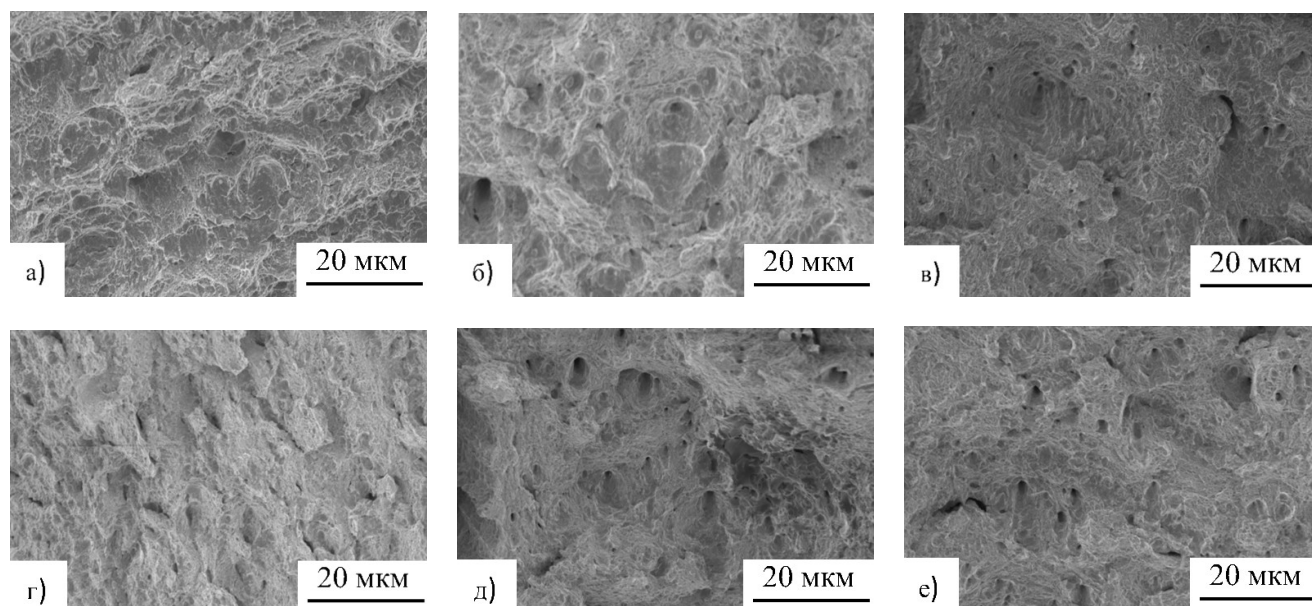
**Рис. 1.** Ударная вязкость исследуемых сталей после испытаний на ударный изгиб в интервале температур +20...-60 °С: а – 30ХГСА; б – 40ХН2МА; в – 38ХМА; г – 40Г2 (1 – без карбонитрации; 2 – карбонитрация 20 мин)



**Рис. 2.** Микрофрактограммы поверхности разрушения стали 30ХГСА в исходном состоянии (а, в, д) и после карбонитрации (б, з, е): а, б –  $t_{исп} = 20\text{ °C}$ ; в, г –  $t_{исп} = -20\text{ °C}$ ; д, е –  $t_{исп} = -60\text{ °C}$



**Рис. 3.** Микрофрактограммы поверхности разрушения стали 40XH2MA в исходном состоянии (а, в, д) и после карбонитрации (б, г, е): а, б –  $t_{исп}=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; в, г –  $t_{исп}=-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; д, е –  $t_{исп}=-60\text{ }^{\circ}\text{C}$



**Рис. 4.** Микрофрактограммы поверхности разрушения стали 38ХМА в исходном состоянии (а, в, д) и после карбонитрации (б, г, е): а, б –  $t_{исп}=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; в, г –  $t_{исп}=-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; д, е –  $t_{исп}=-60\text{ }^{\circ}\text{C}$

при температуре  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  и  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  соответственно (рис. 6 а). Поскольку при  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  доля хрупкого разрушения составляет примерно 50 %, эту температуру можно принять за порог хладноломкости стали 30ХГСА в исходном состоянии [19]. После карбонитрации данной стали при всех температурах испытания доля хрупкого разрушения по границам зерен увеличивается (рис. 2 б, 2 г, 2 е). Так, при  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  вязкое разрушение занимает 30–35 % поверхности излома, что свидетельствует о повышении порога хладноломкости исследуемой стали в сравнении с исходным состоянием. При температуре испытания  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  доля вязкого разрушения достигает 25 % (рис. 6 б).

Процесс разрушения образцов из стали 40ХН2МА и 38ХМА (рис. 3, рис. 4) сопровождается возникнове-

нием ямочного микрорельефа при температурах испытания от комнатной до  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  включительно. При температуре  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  в изломе начинают появляться хрупкие участки площадью порядка 30–35 %. После нагрева под карбонитрацию характер разрушения исследуемой стали остается прежним, при  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  доля вязкой составляющей на поверхности излома составляет более половины (65–70 %). Следовательно, положение порога хладноломкости данных сталей как в исходном состоянии, так и после нагрева под карбонитрацию находится при более низких криогенных температурах (рис. 6 а, 6 б).

В исходном состоянии при комнатной температуре разрушение образцов из стали 40Г2 развивается преимущественно по вязкому механизму (рис. 5 а). При



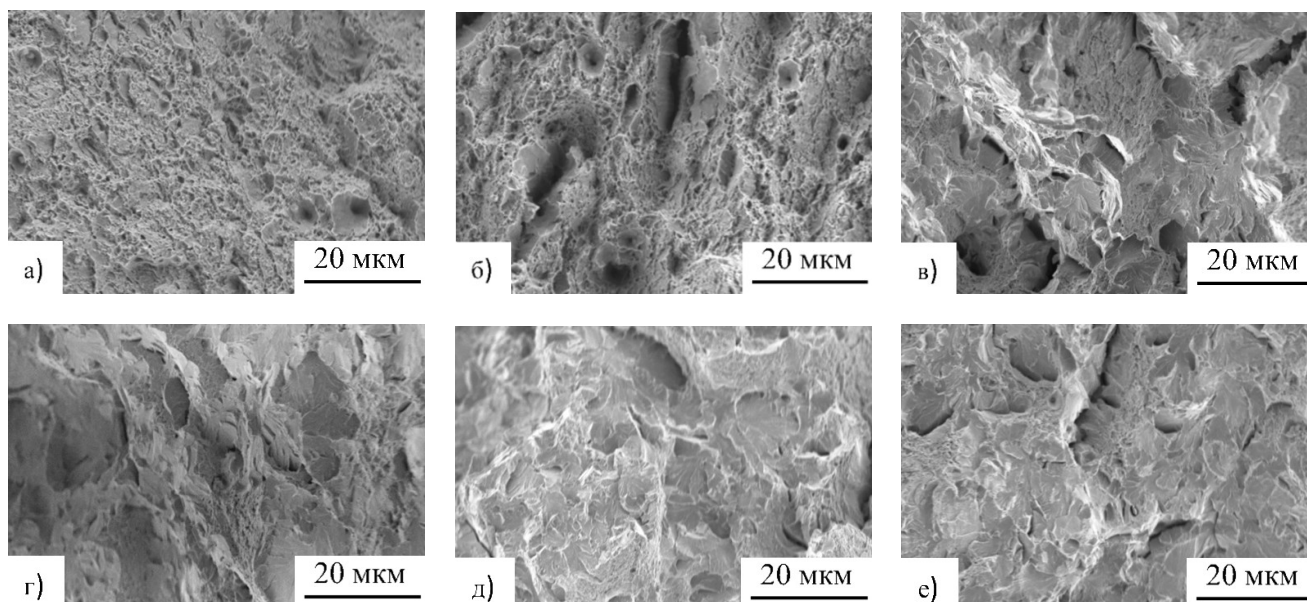


Рис. 5. Микрофрактограммы поверхности разрушения стали 40Г2 в исходном состоянии (а, в, д) и после карбонитрации (б, г, е): а, б –  $t_{исп} = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; в, г –  $t_{исп} = -20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; д, е –  $t_{исп} = -60\text{ }^{\circ}\text{C}$

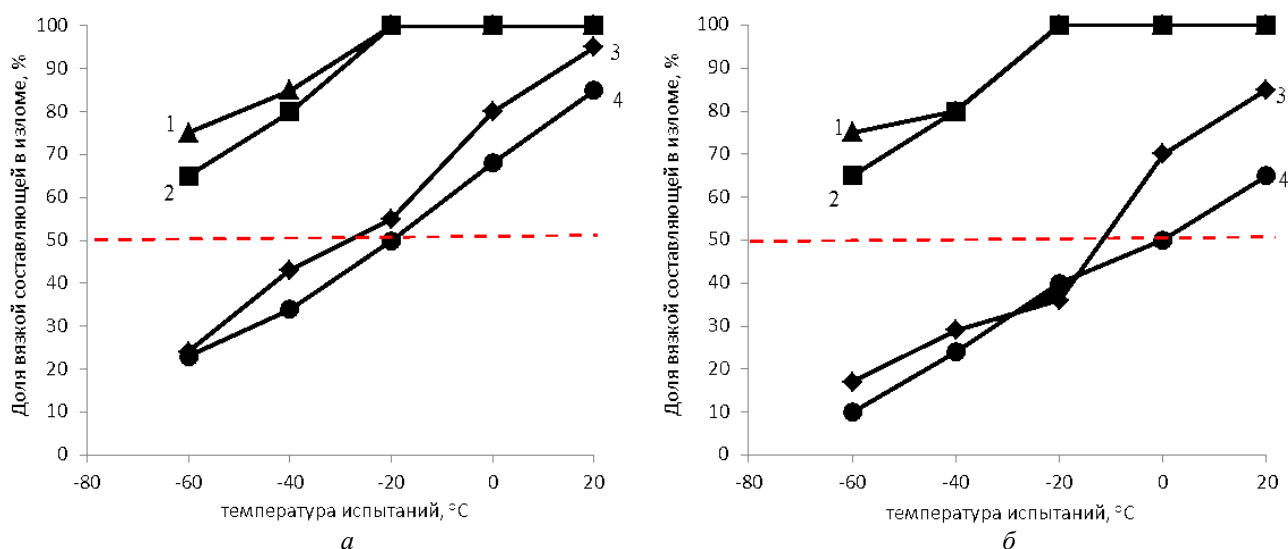


Рис. 6. Зависимость доли вязкой составляющей в изломе от температуры испытаний: а – без карбонитрации; б – карбонитрация 20 мин (1 – 38ХМА; 2 – 40ХН2МА; 3 – 30ХГСА; 4 – 40Г2)

температуре испытания  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  характер разрушения исследуемой стали смешанный (рис. 5 в), при этом доля хрупкого разрушения в изломе составляет 45–50 %, что соответствует порогу хладноломкости. С понижением температуры до  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  излом практически полностью хрупкий (85–90 %) (рис. 5 д, рис. 6 а).

Воздействие нагрева под карбонитрацию проявляется в том, что доля хрупкой составляющей в изломе заметно увеличивается уже при комнатной температуре испытания (рис. 5 б) и занимает примерно треть поверхности разрушения. При  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  эта величина составляет 60 %, следовательно, порог хладноломкости сместился в сторону более высоких температур (рис. 6 б). При  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  признаки пластической деформации в изломе практически отсутствуют, доля вязкой составляющей близка к нулю; поверхность разрушения образована фасетками межзеренного скола, разделен-

ными многочисленными вторичными микротрещинами (рис. 5 г, 5 е).

При обобщении результатов измерения ударной вязкости и данных микрофрактографического анализа можно отметить, что среди исследуемых сталей обратимой отпускной хрупкости подвержены стали марки 30ХГСА и 40Г2, проявление которой усиливается после нагрева под карбонитрацию. Известно [14; 20], что данное явление обусловлено сегрегацией фосфора по границам зерен и сопровождается увеличением доли хрупкой составляющей в изломе при фиксированной температуре испытания и повышением температуры вязко-хрупкого перехода. В исследуемых сталях массовое содержание фосфора практически одинаково и не превышает 0,009 %, поэтому основным фактором, определяющим проявление отпускной хрупкости, является легирование такими элементами, как марганец и кремний [21].

**Таблица 3.** Температура вязко-хрупкого перехода сталей  $T_k$  после различных обработок, °С

Марка стали	В исходном состоянии	После нагрева под карбонитрацию
30ХГСА	-20	$-20 < T_k < 20$
40ХН2МА	$T_k < -60$	$T_k < -60$
38ХМА	$T_k < -60$	$T_k < -60$
40Г2	-20	$-20 < T_k < 20$

В исследуемых сталях отчетливо проявляется различная склонность к отпускной хрупкости в зависимости от системы легирования при почти равном содержании фосфора (таблица 3). Температура вязко-хрупкого перехода  $T_k$  сталей 30ХГСА и 40Г2 повышается от  $-20$  °С в исходном состоянии до  $-20$  °С  $< T_k < 20$  °С после нагрева под карбонитрацию, в то время как  $T_k$  для сталей 40ХН2МА и 38ХМА после всех обработок находится ниже  $-60$  °С.

Полученные в настоящей работе экспериментальные результаты соответствуют известным представлениям о природе отпускной хрупкости [14]. Легирование сталей 30ХГСА и 40Г2 кремнием и марганцем повышает степень обогащения границ зерен фосфором и усиливает проявление обратимой отпускной хрупкости. Одной из возможных причин взаимосвязанного охрупчивающего влияния кремния, марганца и фосфора может быть повышение энергии взаимодействия атомов фосфора с границами зерен в присутствии на границах марганца или кремния. Еще одна причина охрупчивающего действия хрома и марганца – кинетическая: эти элементы могут, не изменяя равновесную концентрацию примесей типа фосфора на границах зерен, ускорять ее достижение во времени [22; 23]. Применительно к исследуемым сталям 30ХГСА и 40Г2, для которых продолжительность изотермической выдержки при нагреве под карбонитрацию невелика (20 мин), это причина представляется значимой. Негативное влияние фосфора в сталях 40ХН2МА и 38ХМА ослаблено наличием в ее химическом составе молибдена [23].

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Исходя из результатов проведенных исследований, можно заключить, что воздействие карбонитрации, как финишной операции, применяемой для упрочнения резьбы буровых труб, может оказывать влияние на свойства основного металла ввиду развития процессов отпускной хрупкости. Особенно заметно это наблюдается на примере стали 40Г2, в которой происходит дополнительное снижение величины ударной вязкости и образование участков межзеренного хрупкого разрушения. В стали 30ХГСА воздействие нагрева под карбонитрацию также заметно, несмотря на высокие показатели значений ударной вязкости в интервале температур от 20 до  $-20$  °С, в изломах наблюдаются участки хрупкого межзеренного микрорельефа, свидетельствующие об ослаблении границ, усиливающимся вследствие выдержки в среде карбонитрации.

Применительно к сталям 40ХН2МА и 38ХМА нагрев под карбонитрацию на характер разрушения влияния не оказал; данная сталь после всех циклов обработки демонстрирует удовлетворительные показатели ударной вязкости и благоприятную картину вязкого

разрушения без признаков охрупчивания вплоть до температуры  $-60$  °С.

Полевые испытания труб показали, что в зимний период на территории России буровые трубы из стали 40Г2 были отбракованы ввиду преждевременного образования продольных трещин, в то время как в условиях тропически жаркого климата в странах Юго-Западной Азии они успешно эксплуатируются. По результатам полевых испытаний в районах Крайнего Севера на территории России было отбраковано около 30 % от партии буровых труб из стали 30ХГСА ввиду внезапного разрушения резьбовой части, при этом преждевременных поломок буровых труб с замковыми соединениями из стали 40ХН2МА и 38ХМА выявлено не было.

Таким образом, стали 40ХН2МА и 38ХМА могут быть рекомендованы для изготовления замковых соединений буровых труб, применяемых в условиях глубокого Севера, а сталь 30ХГСА – в условиях климатического холода не ниже  $-20$  °С при условии ее карбонитрации в течение 20 мин. Буровые трубы из стали 40Г2 рекомендуется использовать исключительно в летний период, ввиду высокого порога хладноломкости.

*Работа выполнена при поддержке ФГБУ «Фонд содействия развитию малых форм предприятий в научно-технической сфере» («Фонд содействия инновациям») в рамках конкурсной программы «УМНИК-2016» (договор № 12274ГУ/2017).*

*Исследование выполнено при частичной финансовой поддержке проекта УРО РАН 15-15-2-16.*

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Приймак Е.Ю., Зеленин А.П., Степанчукова А.В. Опыт применения карбонитрации для повышения долговечности резьбовых соединений буровых труб в условиях ОАО «Завод бурового оборудования» // Технология упрочнения, нанесения покрытий и ремонта: теория и практика: материалы 15-й Международ. науч.-практ. конференции. СПб., 2013. С. 245–250.
2. Мусанов А.А. Совершенствование бурения скважин алмазными коронками. Саарбрюккен: LAP LAMBERT, 2016. 60 с.
3. Музапаров М.Ж. Направленное бурение. Т. 4. Детерминированная технология. Снаряды со съёмными керноприемниками. Алматы: КазНТУ, 2011. 204 с.
4. Семин В.И. Поверхностное упрочнение замковой резьбы методом карбонитрации // Нефтяное хозяйство. 2004. № 12. С. 104–106.
5. Приймак Е.Ю. Характеристика буровых труб и обзор трубных заготовок, применяемых в современном

- геологоразведочном бурении // Черная металлургия. 2017. № 2. С. 70–76.
6. Прокошкин Д.А. Химико-термическая обработка металлов – карбонитрация. М.: Металлургия, 1984. 240 с.
  7. Чаттерджи-Фишер Р., Эйзелл Ф.-В., Хоффманн Р., Лидтке Д., Малленер Х., Рембгес В., Шрайнер А., Велкер Г. Азотирование и карбонитрирование. М.: Металлургия, 1990. 280 с.
  8. Прженосил Б. Нитроцементация. Л.: Машиностроение, 1969. 212 с.
  9. Цих С.Г., Гришин В.И., Супов А.В., Лисицкий В.Н., Глебова Ю.А. Развитие процесса карбонитрации // Металловедение и термическая обработка металлов. 2010. № 9. С. 7–12.
  10. Приймак Е.Ю., Шеин Е.А., Степанчукова А.В. Сравнительный анализ структуры и свойств замковых соединений бурильных труб, упрочненных посредством закалки ТВЧ и карбонитрации // Технология металлов. 2015. № 5. С. 18–26.
  11. Беллас Л., Кастро Ж., Мера Л., Миер Д.Л., Гарсия А., Варела А. Влияние карбонитрации в соляной ванне по схеме QPQ на микроструктуру и служебные свойства нержавеющей стали 321 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2016. № 6. С. 58–65.
  12. Приймак Е.Ю., Степанчукова А.В., Яковлева И.Л., Терешенко Н.А. Влияние карбонитрации для упрочнения резьбовых соединений бурильных труб из среднеуглеродистых легированных сталей // Металловедение и термическая обработка металлов. 2015. № 2. С. 38–44.
  13. Стрик Ю.Н., Ильяш В.В. Бурение разведочных скважин. Воронеж: ВГУ, 2004. 62 с.
  14. Утевский Л.М., Гликман Е.Э., Карк Г.С. Обратимая отпускная хрупкость стали и сплавов железа. М.: Металлургия, 1987. 222 с.
  15. ГОСТ 1497-84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. М.: Изд-во стандартов, 1986. 22 с.
  16. ГОСТ 9013-59. Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу. М.: Изд-во стандартов, 1991. 10 с.
  17. ГОСТ 9454-78. Металлы. Метод испытания на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах. М.: Изд-во стандартов, 1990. 10 с.
  18. Герасимова Л.П., Гук Ю.П. Контроль качества конструкционных материалов. М.: Интернет Инжиниринг, 2010. 848 с.
  19. Штремель М.А. Разрушение. Кн. 2. Разрушение структур. М.: МИСиС, 2015. 975 с.
  20. Брайент К.Л., Бенерджи С.К. Межзеренное разрушение сплавов железа в неагрессивных средах // Охрупчивание конструкционных сталей и сплавов. М.: Металлургия, 1988. С. 29–58.
  21. Устиновщиков Ю.И., Шабанова И.Н., Сапухин В.А., Тапезников В.А. Охрупчивание легированных сталей при отпуске // Физика металлов и металловедение. 1977. Т. 44. № 2. С. 336–344.
  22. Smith J.F., Reynolds J.H., Southworth H.N. Role of Mn in the temper embrittlement of A3,5Ni-Cr-Mo-V steel // Acta Metallurgica. 1980. Vol. 28. № 11. P. 1555–1564.
  23. Yu J., McMahon C.J. The effect of composition and carbide precipitation on temper embrittlement of 2,25Cr-1Mo Steel: Part 1. Effects of P and Sn // Metallurgical Transactions A. 1980. Vol. 11. № 2. P. 277–289.
  24. Дробышевская И.С., Ковалев А.И., Сергеева Т.К., Литвиненко Д.А. Сегрегация примесей, отпускная хрупкость и водородное охрупчивание стали 30ХНМА с различным содержанием молибдена // Металловедение и термическая обработка металлов. 1995. № 5. С. 21–24.

#### REFERENCES

1. Priymak E.Yu., Zelenin A.P., Stepanchukova A.V. The experience of application of carbonization to improve the durability of threaded connections of drill pipes in the conditions of ZBO Drill Industries. *Materiyaly 15-oy Mezhdunar. nauch.-prakt. konferentsii "Tekhnologiya uprochneniya, naneseniya pokrytiy i remonta: teoriya i praktika"*. Sankt Petersburg, 2013, pp. 245–250.
2. Musanov A.A. *Sovershenstvovanie bureniya skvazhin almaznymi koronkami* [Improving the drilling of holes with diamond crowns]. Saarbrücken, LAP LAMBERT Publ., 2016. 60 p.
3. Muzaparov M.Zh. *Napravlennoe burenie. T. 4. Determinirovannaya tekhnologiya. Snaryady so s'emnymi kernopriemnikami* [Directional drilling. Vol. 4. Deterministic technology. Shells with removable core receivers]. Almaty, KazNTU Publ., 2011. 204 p.
4. Semin V.I. Surface hardening of tool-joint thread by a method of carbonitration. *Neftyanoe khozyaystvo*, 2004, no. 12, pp. 104–106.
5. Priymak E.Yu. Characteristics of drill pipes and an overview of pipe billets used in modern geological prospecting. *Chernaya metallurgiya*, 2017, no. 2, pp. 70–76.
6. Prokoshkin D.A. *Khimiko-termicheskaya obrabotka metallov – karbonitratsiya* [Chemical-thermal treatment of metals – carbonitration]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1984. 240 p.
7. Chatterjee-Fischer R., Eysell F.-W., Hoffmann R., Liedtke D., Mallener H., Rembges W., Schreiner A., Welker G. *Azotirovanie i karbonitrirovanie* [Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen. Nitrieren und Nitrocarburieren]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1990. 280 p.
8. Przhensil B. *Nitrotsementatsiya* [Nitrocarburization]. Leningrad, Mashinostroyeniye Publ., 1969. 212 p.
9. Tsikh S.G., Lisitskii V.N., Glebova Y.A., Grishin V.I., Supov A.V. Advancement of the process of carbonitriding. *Metal Science and Heat Treatment*, 2011, vol. 52, no. 9-10, pp. 408–412.
10. Priymak E.Yu., Dhein E.A., Stepanchukova A.V. Comparative analysis of structure and properties of lock joints of drill pipes strengthened by method of induction hardening and carbonitriding. *Tekhnologiya metallov*, 2015, no. 5, pp. 18–26.
11. Bellas L., Castro G., Mera L., Mier J.L., Garcia A., Varela A. Effect QPQ salt bath nitrocarburizing on the microstructure and performance of stainless steel 321. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2016, no. 6, pp. 58–65.
12. Priymak E.Yu., Stepanchukova A.V., Yakovleva I.L., Tereshchenko N.A. Use of carbonitriding for strengthening threaded joints of drill pipes from medium-carbon

- alloy steels. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2015, no. 2, pp. 38–44.
13. Strik Yu.N., Ilyash V.V. *Burenie razvedochnykh skvazhin* [Drilling of exploratory wells]. Voronezh, VGU Publ., 2004. 62 p.
  14. Utevskiy L.M., Glikman E.E., Kark G.S. *Obratimaya otpusknaya khrupkost stali i splyavov zheleza* [Reversible temper brittleness of steel and iron alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1987. 222 p.
  15. GOST 1497-84. *Metally. Metody ispytaniy na rastyazhenie* [Metals. Methods of tension test]. Moscow, Izdatelstvo standartov Publ., 1986. 22 p.
  16. GOST 9013-59. *Metally. Metod izmereniya tverdosti po Rokvellu* [Metals. Method of measuring Rockwell hardness]. Moscow, Izdatelstvo standartov Publ., 1991. 10 p.
  17. GOST 9454-78. *Metally. Metod ispytaniya na udarniy izgib pri ponizhennykh, komnatnoy i povyshennykh temperaturakh* [Metals. Methods for testing the impact strength at low, room and high temperature]. Moscow, Izdatelstvo standartov Publ., 1990. 10 p.
  18. Gerasimov L.P., Guk Yu.P. *Kontrol kachestva konstruktsionnykh materialov* [Quality control of construction materials]. Moscow, Internet Inzhiniring Publ., 2010. 848 p.
  19. Shtremel M.A. *Razrushenie. Kn. 2. Razrushenie struktur* [Destruction. Book 2. Destruction of structures]. Moscow, MISiS Publ., 2015. 975 p.
  20. Brayent K.L., Benerjee S.K. Intergranular destruction of iron alloys in non-corrosive media. *Okhrupchivanie konstruktsionnykh staley i splyavov*. Moscow, Metallurgiya Publ., 1988, pp. 29–58.
  21. Ustinovschikov Y.I., Shabanova I.N., Sapukhin V.A., Trapeznikov V.A. Embrittlement of alloy steels during tempering. *Physics of metals and metallography*, 1977, vol. 44, no. 2, pp. 91–99.
  22. Smith J.F., Reynolds J.H., Southworth H.N. Role of Mn in the temper embrittlement of A3,5Ni-Cr-Mo-V steel. *Acta Metallurgica*, 1980, vol. 28, no. 11, pp. 1555–1564.
  23. Yu J., McMahon C.J. The effect of composition and carbide precipitation on temper embrittlement of 2,25Cr-1Mo Steel: Part 1. Effects of P and Sn. *Metallurgical Transactions A*, 1980, vol. 11, no. 2, pp. 277–289.
  24. Drobyshevskaya I.S., Kovalev A.I., Sergeeva T.K., Litvinenko D.A. Impurity segregation, temper brittleness and hydrogen embrittlement of steel type 30HkNMA with various molybdenum contents. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 1995, no. 5, pp. 21–24.

#### THE ASSESSMENT OF IMPACT OF CARBONITRIDING ON THE LOCATION OF COLD-BRITTLENESS THRESHOLD IN THE MEDIUM-CARBON ALLOY STEELS

© 2017

**A.V. Stepanchukova**, engineer-metallurgist of Laboratory “Metallurgical science and heat treatment”

**E.Yu. Priymak**, PhD (Engineering), Head of Laboratory “Metallurgical science and heat treatment”

*ZBO Drill Industries Inc., Orenburg (Russia)*

**I.L. Yakovleva**, Doctor of Sciences (Engineering), chief researcher

*N.A. Tereshchenko*, PhD (Engineering), senior researcher

*M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)*

**E.Yu. Chirkov**, PhD (Engineering), level II destructive testing specialist of Laboratory “Reliability”

*ANO “Technopark of OSU”, Orenburg (Russia)*

**Keywords:** drill pipe; carbonitriding; temper embrittlement; cold-brittleness threshold; impact strength; 30CrMnSi(high quality); 40CrNi2Mo(high quality); 38CrMo(high quality); 40Mn2; Drillmax 850; XJY850.

**Abstract:** Last 10–15 years, in the world industrial practice, a great interest for the processes of low-temperature saturation of iron alloys with the nitrogen or with the nitrogen and carbon is observed. The galloping technology – carbonitriding – is one of such methods. The key point of the process is in the simultaneous saturation of steel surface with the nitrogen and carbon in the molten salts at a temperature of 540...580 °C. In the result of carbonitriding, high hardness is achieved on the product surface, and the wear-resistance, fatigue strength and stain-resistance increase.

However, despite the significant achievements in this direction, many issues are still not clarified or remain a subject of discussions, including the influence of heating temperature for carbonitriding on the possibility of the reversible temper brittleness manifestation in the medium-carbon alloy steels. In this paper, the impact of carbonitriding on the properties of base metal, in particular, its tendency to brittle fracture was studied. The authors determined the change of location of cold-brittleness threshold in the 30CrMnSi(high quality), 40CrNi2Mo(high quality), 38CrMo(high quality), and 40Mn2 steels both in the initial condition and after carbonitriding. Using the method of fractographic analysis, the authors determined the nature of fracture of steel study specimens and evaluated the shear area fraction of impact specimens. It is shown, that the tendency to temper embrittlement in the study steels is different and depends significantly on their chemical composition. The paper presents the results of field tests of drill pipes with screw joints made of 30CrMnSi(high quality), 40CrNi2Mo(high quality), 38CrMo(high quality), and 40Mn2 steels in various climatic zones. The authors recommend steels to produce tool joints for drill pipes using the carbonitriding methods for the thread face-hardening for the operation at low temperatures.

## ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ ВОДОРОДОМ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ХАРАКТЕР РАЗРУШЕНИЯ СТАЛИ X17H13M3

© 2017

*А.С. Фортуна*, студент

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск (Россия)*

*В.А. Москвина*, магистрант, инженер

*Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск (Россия)*

*Институт физики прочности и материаловедения*

*Сибирского отделения Российской академии наук, Томск (Россия)*

*Г.Г. Майер*, кандидат физико-математических наук, младший научный сотрудник

*Е.В. Мельников*, младший научный сотрудник

*Е.Г. Астафурова*, доктор физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник

*Институт физики прочности и материаловедения*

*Сибирского отделения Российской академии наук, Томск (Россия)*

*Ключевые слова:* аустенитная сталь; наводороживание; механические свойства; разрушение.

*Аннотация:* Коррозионностойкие аустенитные стали имеют перспективу использования при изготовлении сосудов для хранения и транспортировки водорода. Несмотря на высокие коррозионные свойства, хромоникелевые стали склонны к водородному охрупчиванию. Особенно этот эффект проявляется в метастабильных сталях с низкой энергией дефекта упаковки, склонных к деформационным фазовым переходам, но он свойственен и стабильным сталям. С целью выявления влияния легирования водородом на механические свойства и характер разрушения промышленной стабильной аустенитной стали марки X17H13M3 был проведен эксперимент по одноосному статическому растяжению легированных водородом (электрохимически насыщенных в водном растворе серной кислоты) образцов стали при комнатной температуре. Микроструктуру боковых поверхностей и характер излома образцов изучали методом растровой электронной микроскопии. Результаты механических испытаний, особенности микрорельефа боковых поверхностей и поверхностей излома наводороженных образцов были сопоставлены с результатами аналогичных испытаний для образцов, не подвергавшихся насыщению водородом. Наводороживание не оказывает существенного влияния на механические свойства исследуемой стали, а также на стадийность пластического течения – значения условного предела текучести, временного сопротивления разрушению, удлинение и коэффициенты деформационного упрочнения остаются неизменными после наводороживания. Сохранение пластических свойств при наводороживании вызвано наличием двух конкурирующих процессов. С одной стороны, после электрохимической обработки на поверхности образцов формируется насыщенный водородом слой, который способствует растрескиванию поверхности стальных образцов с образованием хрупких трещин (способствует охрупчиванию). С другой стороны, легирование водородом способствует микролокализации сдвига в одной системе и, как следствие, усилению пластичности в центральной части образцов, где концентрация водорода меньше, чем на поверхности, и его перенос осуществляется на дефектах кристаллического строения в процессе растяжения (способствует пластификации).

### ВВЕДЕНИЕ

Водород является одним из экологически чистых источников энергии. Широкое его применение на данный момент, помимо вопросов получения водорода в промышленных масштабах, ограничено ввиду отсутствия необходимой инфраструктуры. Данная проблема обусловливается тем, что в среде водорода наблюдается охрупчивание – изменение характера разрушения материала, протекающее во многих металлических сплавах [1]. Таким образом, для развития водородной энергетики требуется разработка материалов, устойчивых к этому явлению. Последнее невозможно без детального выяснения механизмов водородного охрупчивания промышленных используемых конструкционных материалов.

Одними из наиболее распространенных сплавов, применяемых в промышленности, являются аустенитные нержавеющие стали. Изучаемая в данной работе сталь X17H13M3 (близкий состав со сталью 316L по стандарту AISI) является стабильной, т. е. при деформации при комнатной температуре в ней не происходят фазовые превращения, деформирование происходит путем скольжения и образования деформационных двойников [2–4]. Коррозионностойкие аустенитные стали

можно использовать для изготовления сосудов для хранения и транспортировки водорода, так как диффузия водорода в сталях с гранцентрированной кубической решеткой существенно ниже по сравнению с ферритными или мартенситными сталями [5–7]. Несмотря на то, что нержавеющие стали являются коррозионностойкими, они также подвержены охрупчиванию в среде водорода, которое особенно сильно проявляется в метастабильных сталях с низкой энергией дефекта упаковки [8]. D. Eliezer и др. высказали предположение, что процесс охрупчивания метастабильной аустенитной стали AISI 304 связан с образованием  $\alpha'$ -мартенсита [7]. Однако в работе [9] было убедительно показано, что охрупчивание может происходить и без участия мартенситной фазы в стабильных аустенитных сталях, а склонность к охрупчиванию в среде водорода также определяется характером дислокационной субструктуры [9; 10].

Влияние водорода на прочностные свойства отличается для различных материалов; для некоторых из них, в том числе для нержавеющих сталей AISI 310 и AISI 316, водород вызывает повышение предела текучести, понижение энергии дефекта упаковки, повышает склонность к планарному скольжению [11–17]. D.P. Abraham

и С.Ј. Altstetter показали, что воздействие водорода на аустенитную сталь AISI 310 повышает ее предел текучести, но не изменяет величину деформации до разрушения [11; 12]. На монокристаллах стали AISI 316 М. Коуама и др. установили, что легирование водородом понижает предел прочности, но не оказывает существенного влияния на предел текучести [13]. Р.Ј. Ferreira, I.M. Robertson и Н.К. Birnbaum пришли к заключению, что взаимодействие водорода с дислокациями в алюминии приводит к уменьшению склонности к поперечному скольжению, что усиливает планарность дислокационной структуры [14]. Н.К. Birnbaum [15] предположил, а I.M. Robertson [16] затем проверил экспериментально утверждение, что водород повышает подвижность дислокаций, вследствие чего увеличивается планарность дислокационной структуры, понижается коэффициент деформационного упрочнения и увеличивается локализация сдвига. Таким образом, необходимо детальное исследование взаимосвязи процессов водородного охрупчивания и механизмов взаимодействия дислокационной подсистемы с водородом.

Цель работы – выявление влияния легирования водородом на механические свойства и закономерности разрушения стабильной аустенитной нержавеющей стали Х17Н13М3.

#### МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве материала для исследования была выбрана нержавеющая сталь марки Х17Н13М3. Химический состав стали приведен в таблице 1. Исходные стальные заготовки были закалены в воду после часовой выдержки при температуре 1100 °С. После закалки сталь имела структуру аустенита со средним размером зерна 19 мкм без учета двойниковых границ.

*Таблица 1. Химический состав исследуемой стали марки Х17Н13М3*

Элемент	Содержание, мас. %
Fe	ост.
Cr	16,80
Ni	13,30
Mo	2,70
Mn	1,70
Si	0,60
C	0,01

В работе использовали плоские пропорциональные образцы в форме двойных лопаток со следующими размерами рабочей части: длина 9 мм, ширина 2,7 мм, толщина 0,5 мм. После механической шлифовки осуществляли электролитическую полировку образцов в пересыщенном растворе ангидрида хрома (CrO<sub>3</sub>) в ортофосфорной кислоте.

Наводороживание стальных образцов проводили в электролитической ячейке при комнатной температуре в течение 8 ч при плотности тока 50 мА/см<sup>2</sup>. Состав электролита: 1 N водный раствор серной кислоты (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) с добавлением тиомочевины (CS(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>).

Непосредственно после наводороживания до проведения механических испытаний образцы хранили в среде жидкого азота. Образцы подвергали одноосному статиче-

скому растяжению до разрыва с относительной начальной скоростью деформации  $1,1 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$  на универсальной испытательной машине LFM-125 (Walter+Bai AG, Швейцария). Истинные кривые напряжение – деформация получали из машинных кривых только для области однородной деформации.

Микроструктуру боковых поверхностей и характер излома исходных и наводороженных образцов изучали с помощью растрового электронного микроскопа VEGA3 TESCAN.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

На рис. 1 представлены зависимости напряжения от удлинения (инженерные координаты) и зависимости истинного напряжения от истинной деформации (истинные координаты) для образцов с водородом и без водорода. Анализ зависимостей на рис. 1 позволяет утверждать, что стадийность пластического течения стали Х17Н13М3 остается неизменной после наводороживания. В таблице 2 приведены механические характеристики образцов, определенные из анализа кривых течения, представленных на рис. 1 а и 1 б.

Образцы, независимо от обработки, характеризуются низким условным пределом текучести  $\sigma_{0,2}$ , при этом легирование водородом слабо влияет на величину  $\sigma_{0,2}$ . Значения общего относительного удлинения  $\delta$ , однородной деформации  $\epsilon_B$  и временного сопротивления разрушению (предел прочности  $\sigma_B$ ) близки по значению для исходных и наводороженных образцов (таблица 2).

На рис. 2 представлены зависимости коэффициентов деформационного упрочнения от относительной деформации (рис. 2 а) и от истинного напряжения (рис. 2 б). Коэффициент деформационного упрочнения образцов не изменяется при легировании водородом и непрерывно уменьшается вплоть до степени деформации  $\approx 0,45$ .

Анализ рис. 2 б позволяет говорить о том, что для обоих типов образцов не выполняется условие Консидера. Шейка на образцах образуется при значениях напряжения больших, чем значение коэффициента деформационного упрочнения  $d\sigma/d\epsilon < \sigma$ , что характерно для материалов с планарным скольжением, в которых образование шейки затруднено из-за подавления множественности сдвига [18].

На рис. 3 представлены изображения боковой поверхности разрушенных образцов стали Х17Н13М3 без наводороживания (рис. 3 а, 3 в) и после наводороживания (рис. 3 б, 3 г). В обоих случаях наблюдали следы пластической деформации внутри зерен и вытягивание зерен в направлении оси растяжения. Внутри зерен видны следы как множественного, так и одиночного сдвига, однако в наводороженном образце преобладает одиночный сдвиг.

Анализ электронно-микроскопических изображений, представленных на рис. 3 а и 3 в, позволяет судить о том, что поверхность исходных образцов без водорода гладкая, без трещин. Вблизи зоны разрушения наблюдается большое количество полос локализованной деформации, расположенных перпендикулярно оси растяжения образца. Такое поведение характерно для деформации аустенитных сталей, образование полос локализованной деформации часто сопровождает процесс образования шейки. А в наводороженных образцах формирования микрополос локализации вблизи зоны разрушения

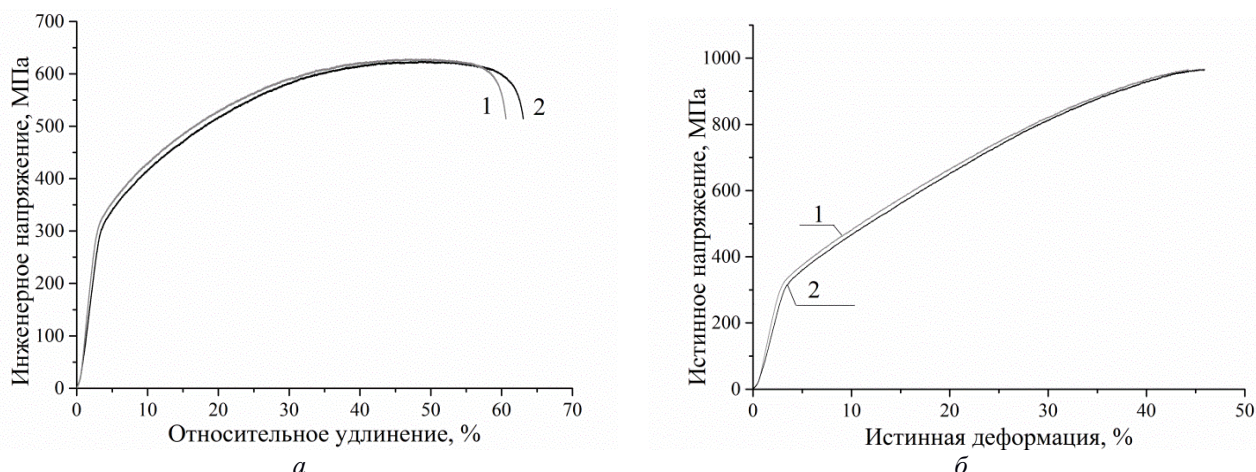


Рис. 1. Зависимость напряжения от удлинения (деформации) для образцов стали X17H13M3 с водородом (кривые 1) и без водорода (кривые 2): а – инженерные координаты; б – истинные координаты

Таблица 2. Механические свойства образцов стали X17H13M3 до и после наводороживания

Механические свойства	Исходный образец	Образец с водородом
Предел текучести $\sigma_{0,2}$ , МПа	320±14	310±14
Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	970	970
Относительное удлинение $\delta$ , %	43	43
Однородная деформация $\epsilon_B$	0,38	0,37

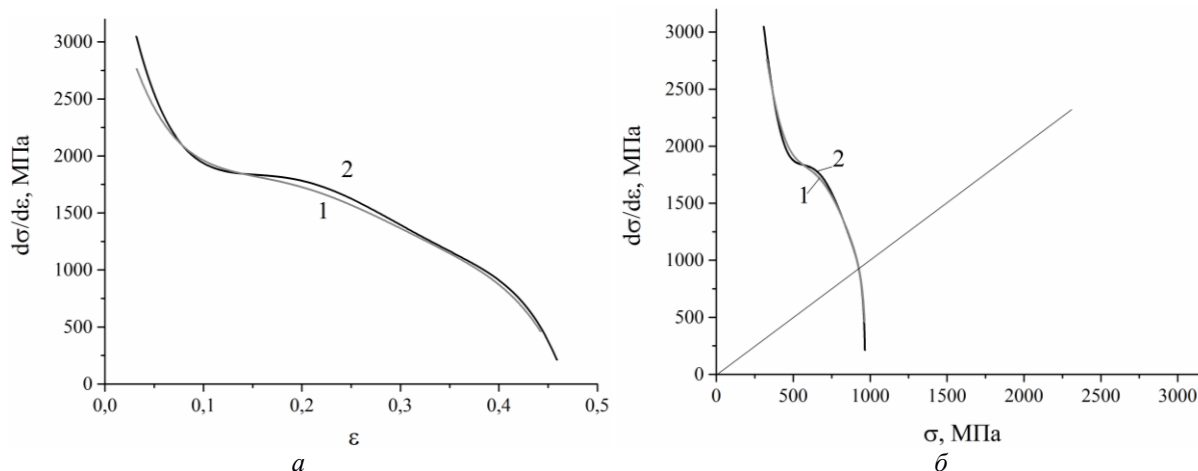
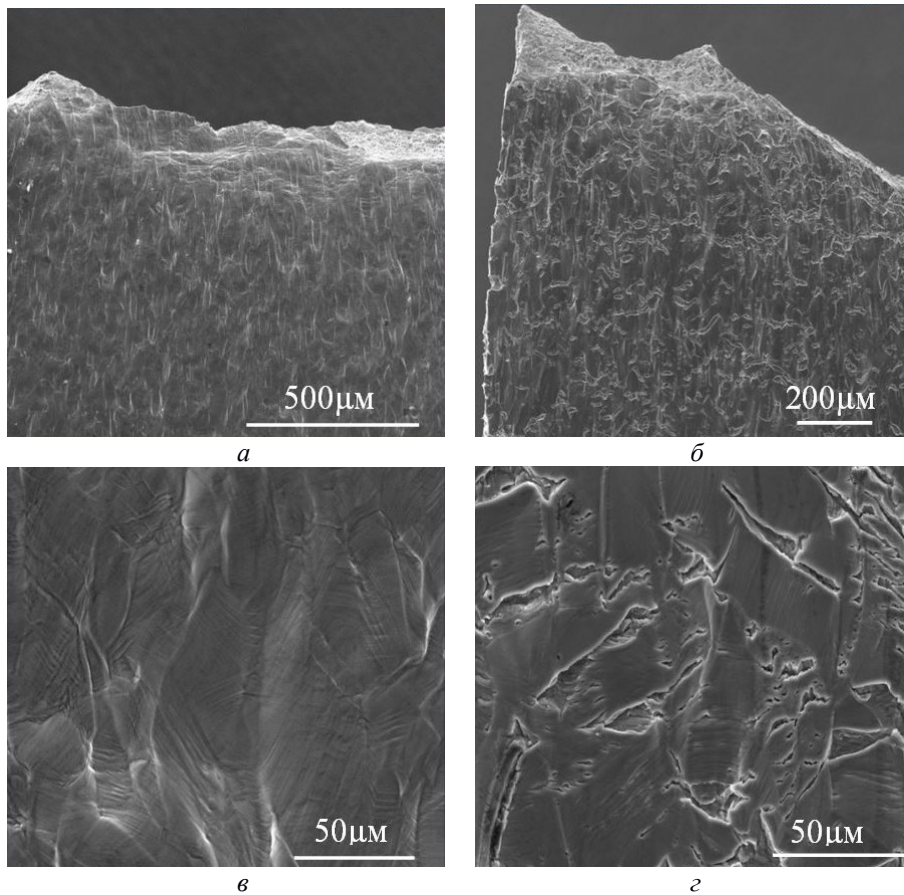


Рис. 2. Зависимость коэффициента деформационного упрочнения  $d\sigma/d\epsilon$  образцов стали X17H13M3 с водородом (кривые 1) и без водорода (кривые 2): а – от относительной деформации; б – от истинного напряжения

не наблюдали, и излом в образцах косой, в отличие от нормального в исходном образце.

Рис. 3 б показывает, что водород вызвал образование хрупких макро- и микроскопических трещин на поверхности образца. В наводороженных образцах микротрещины возникают как на границах зерен, так и в теле зерна. Возникновение трещин в теле зерна преобладает, при этом направление микротрещин в основном совпадает со следами скольжения (двойникования). Это указывает на тот факт, что образование таких трещин связано с влиянием водорода на механизм деформации стали и характеристики дислокационного скольжения (процессы микролокализации скольжения).

На рис. 4 представлены электронно-микроскопические изображения изломов для образцов, разрушенных после наводороживания и без предварительного легирования водородом. В исходном и наводороженном образцах после одноосного растяжения и разрушения образовалась шейка, но величина сужения в шейке для исходного образца существенно больше, чем в образце с водородом. В наводороженном образце площадь шейки составляет 51 % от площади поперечного сечения образца, в то время как в исходном – 39 % (рис. 4 в, 4 г), т. е. склонность к макроскопической локализации в наводороженном образце подавлена по сравнению с исходным образцом без водорода, что находится в соответствии с описанными выше



**Рис. 3.** Боковая поверхность разрушенных образцов стали X17H13M3: а, в – исходного образца; б, г – с водородом

закономерностями пластического течения образцов при одноосном растяжении.

На рис. 4 показано, что в исходных образцах (без наводороживания) наблюдается однородный вязкий транс-кристаллитный излом с образованием ямок и плоских фасеток со следами деформации. Однако в образце с водородом образуется поверхностный хрупкий слой толщиной в единицы микрометров ( $\approx 5$  мкм), в котором разрушение происходит по механизму квазискола с образованием подповерхностных вторичных микротрещин (отмечены на рис. 4 г стрелками). Характер излома центральной части наводороженного образца однородный ямочный транскристаллитный.

Анализ поверхностей разрушения наводороженных образцов позволяет говорить о формировании неоднородной (градиентной структуры) в таких образцах, при этом формирование хрупкой поверхностной «корочки» при легировании водородом не вызывает потери пластических свойств стали.

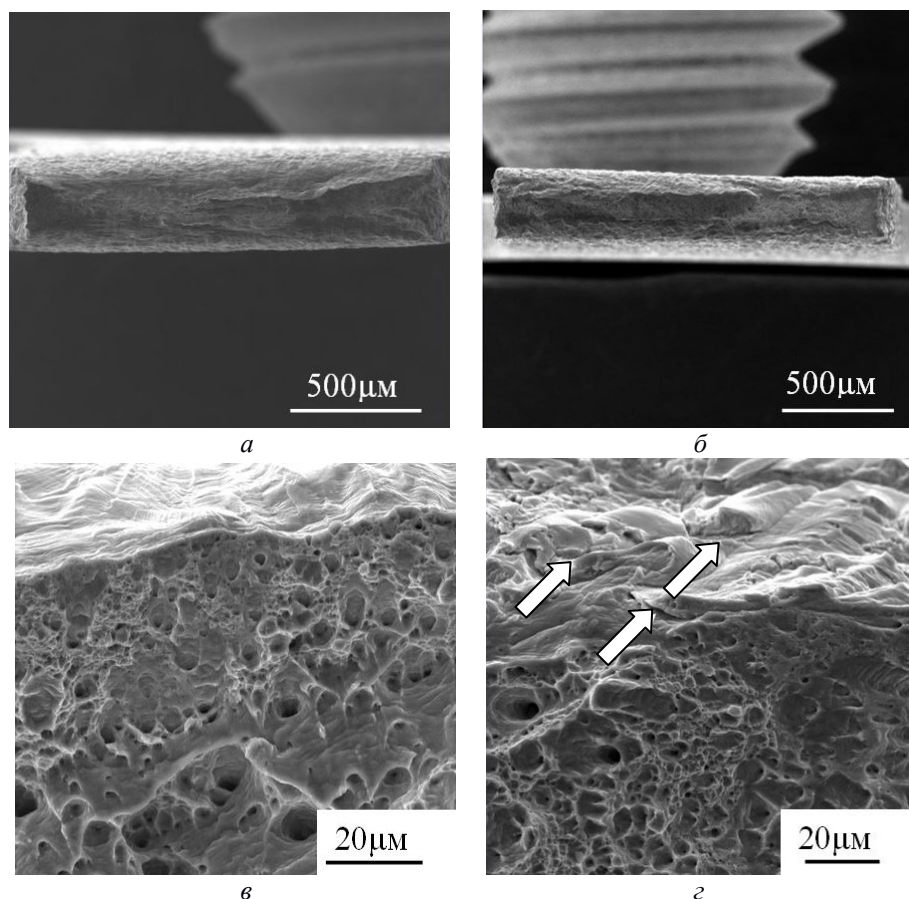
### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ зависимостей, полученных при механических испытаниях образцов методом одноосного статического растяжения, позволяет утверждать, что при наводороживании механические свойства изучаемой стали практически не изменились. Однородная деформация до разрушения аустенитной стали не зависит от концентрации в ней водорода, что также было показано авторами работы [11]. Экспериментально в настоящей работе не наблюда-

ли значимого повышения или снижения предела текучести, т. е. эффекты твердорастворного упрочнения малы в отличие от закономерностей, приведенных в работах [11; 17]. Однако в указанных работах авторы использовали очень тонкие образцы (100 и 30 мкм соответственно), а в [11] наводороживание производили таким образом, что концентрация водорода была одинакова во всем объеме образцов. В данной работе анализ поверхностей разрушения наводороженных образцов позволяет говорить о формировании неоднородной (градиентной) структуры в образцах. Таким образом, при электрохимическом легировании по выбранному нами режиму водород накапливается неоднородно – в основном у поверхности образцов, а его концентрация в объеме образца существенно ниже. В результате под действием водорода сформировалась хрупкая поверхностная «корочка», которая в целом не вызывает потери пластических свойств образца.

Экспериментальные данные свидетельствуют о том, что, несмотря на формирование таких градиентных состояний при электрохимическом насыщении образцов, наблюдается усиление планарности сдвига. Об этом свидетельствует отсутствие на наводороженном образце макрополос локализованной деформации вблизи поверхности разрушения и меньшее утонение в шейке наводороженного образца в сравнении с исходным, а также характер микрорельефа на поверхности деформированных образцов – в образце с водородом преобладает одиночный сдвиг, в то время как в исходном наблюдаются преимущественно следы множественного сдвига.





**Рис. 4.** Общий вид поверхностей излома образцов стали X17H13M3: а – исходного образца; б – с водородом; в – поверхностный слой исходного образца; г – поверхностный слой наводороженного образца. Стрелки указывают на «подповерхностные» вторичные трещины

Наличие внутризеренных микротрещин, расположенных на поверхности наводороженного образца, обусловлено двумя факторами. Водород, внедряясь в решетку, понижает ее энергию дефекта упаковки, что повышает склонность стали к деформированию двойникованием и способствует растрескиванию вдоль двойниковых границ [13]. Образование микротрещин на поверхности может быть также вызвано микролокализацией скольжения и растрескиванием вдоль полос локализованной деформации [19; 20].

Таким образом, можно говорить о наличии двух конкурирующих процессов: охрупчивании и пластификации стали X17H13M3 при легировании водородом. С одной стороны, градиентное распределение водорода в стальных образцах вызывает изменение механизма деформации на поверхности, а также формирует градиент напряжений, что приводит к уменьшению пластичности стали, формированию поверхностных трещин и изменению механизма разрушения стали на поверхности (от транскристаллитного вязкого к транскристаллитному хрупкому сколом). С другой стороны, водород способствует увеличению планарности дислокационной структуры, что приводит к увеличению пластичности. Одновременное их действие приводит к обнаруженному нами результату – пластические характеристики стали при наводороживании изменяются слабо.

## ВЫВОДЫ

Легирование водородом не изменяет стадийность пластического течения и механические свойства исследуемой стали. Водород вызывает формирование градиентного состояния в образцах – формируется хрупкая поверхностная зона, которая разрушается хрупко сколом, и вязкая матрица, для которой характерен вязкий ямочный излом. Усиление планарности сдвига при легировании водородом уравнивает процесс охрупчивания, в результате чего, несмотря на растрескивание поверхности, макроскопический характер разрушения стали не изменяется и не происходит потери пластичности исследуемой стали по сравнению с исходным состоянием без водорода.

*Авторы работы выражают благодарность профессору С.Н. Кулькову и А.Г. Бурлаченко за помощь в электронно-микроскопических исследованиях.*

*Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» (ИФПМ СО РАН) при поддержке Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013–2020 годы (проект Ш.23.2.6.).*

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies, Mechanisms, Modelling and Future Development. Vol. 1. The Problem, its Characterisation and Effects on Particular Alloy Classes. Sawston: Woodhead Publishing, 2012. 500 p.
- Bhadeshia H.K.D.H., Honeycombe R.W.K. Steels. Microstructure and properties. 3rd ed. Oxford: Elsevier, 2006. 360 p.
- Karaman I., Sehitoglu H., Maier H.J., Chumlyakov Y.I. Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless steel single crystals with and without nitrogen // *Acta Materialia*. 2001. Vol. 49. № 19. P. 3919–3933.
- Feaugas X. On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300K: back stress and effective stress // *Acta Materialia*. 1999. Vol. 47. № 13. P. 3617–3632.
- Rozenak P., Zevin L., Eliezer D. Hydrogen effects on phase transformations in austenitic stainless steels // *Journal of Materials Science*. 1984. Vol. 19. № 2. P. 567–573.
- Rozenak P., Bergman R. X-ray phase analysis of martensitic transformations in austenitic stainless steels electrochemically charged with hydrogen // *Materials Science and Engineering A*. 2006. Vol. 437. № 2. P. 366–378.
- Eliezer D., Chakrapany D.G., Altstetter C.J., Pugh E.N. The influence of austenite stability on the hydrogen embrittlement and stress-corrosion cracking of stainless steel // *Metallurgical Transactions A*. 1979. Vol. 10. № 7. P. 935–941.
- Wang Y., Wang X., Gong J., Shen L., Dong W. Hydrogen embrittlement of cathodically hydrogen-precharged 304L austenitic stainless steel: Effect of plastic pre-strain // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2014. Vol. 39. № 25. P. 13909–13918.
- Michler T., San Marchi C., Naumann J., Weber S., Martin M. Hydrogen environment embrittlement of stable austenitic steels // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2012. Vol. 37. № 21. P. 16231–16246.
- Michler T., Naumann J., Hock M., Berreth K., Balogh M.P., Sattler E. Microstructural properties controlling hydrogen environment embrittlement of cold worked 316 type austenitic stainless steels // *Materials Science and Engineering A*. 2015. Vol. 628. P. 252–261.
- Abraham D.P., Altstetter C.J. The effect of hydrogen on the yield and flow stress of an austenitic stainless steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1995. Vol. 26. № 11. P. 2849–2858.
- Abraham D.P., Altstetter C.J. Hydrogen-enhanced localization of plasticity in an austenitic stainless steel // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1995. Vol. 26. № 11. P. 2859–2871.
- Koyama M., Akiyama E., Sawaguchi T., Ogawa K., Kireeva I.V., Chumlyakov Y.I., Tsuzaki K. Hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel // *Corrosion Science*. 2013. Vol. 75. P. 345–353.
- Ferreira P.J., Robertson I.M., Birnbaum H.K. Hydrogen effects on the character of dislocations in high-purity aluminium // *Acta Materialia*. 1999. Vol. 47. № 10. P. 2991–2998.
- Birnbaum H.K., Sofronis P. Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture // *Materials Science and Engineering A*. 1994. Vol. 176. № 1-2. P. 191–202.
- Robertson I.M. The effect of hydrogen on dislocation dynamics // *Engineering Fracture Mechanics*. 1999. Vol. 65. № 4. P. 649–673.
- Sugiyama S., Ohkubo H., Takenaka M., Ohsawa K., Ansari M.I., Tsukuda N., Kuramoto E. The effect of electrical hydrogen charging on the strength of 316 stainless steel // *Journal of Nuclear Materials*. 2000. Vol. 283-287. Part 2. P. 863–867.
- Бэкофен В. Процессы деформации. Москва: Металлургия, 1977. 288 с.
- Гаврилюк В.Г., Шиванюк В.Н. Взаимодействие водорода с конструкционными материалами на основе железа // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2008. № 6. С. 11–15.
- Chateau J.P., Delafosse D., Magnin T. Numerical simulations of hydrogen-dislocation interactions in fcc stainless steels. Part II: hydrogen effects on crack tip plasticity as a stress corrosion crack // *Acta Materialia*. 2002. Vol. 50. № 6. P. 1523–1538.

## REFERENCES

- Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies, Mechanisms, Modelling and Future Development*. Vol. 1. The Problem, its Characterisation and Effects on Particular Alloy Classes. Woodhead Publishing, 2012. 500 p.
- Bhadeshia H.K.D.H., Honeycombe R.W.K. *Steels. Microstructure and properties*. 3rd ed. Oxford, Elsevier, 2006. 360 p.
- Karaman I., Sehitoglu H., Maier H.J., Chumlyakov Y.I. Competing mechanisms and modeling of deformation in austenitic stainless steel single crystals with and without nitrogen. *Acta Materialia*, 2001, vol. 49, no. 19, pp. 3919–3933.
- Feaugas X. On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300K: back stress and effective stress. *Acta Materialia*, 1999, vol. 47, no. 13, pp. 3617–3632.
- Rozenak P., Zevin L., Eliezer D. Hydrogen effects on phase transformations in austenitic stainless steels. *Journal of Materials Science*, 1984, vol. 19, no. 2, pp. 567–573.
- Rozenak P., Bergman R. X-ray phase analysis of martensitic transformations in austenitic stainless steels electrochemically charged with hydrogen. *Materials Science and Engineering A*, 2006, vol. 437, no. 2, pp. 366–378.
- Eliezer D., Chakrapany D.G., Altstetter C.J., Pugh E.N. The influence of austenite stability on the hydrogen embrittlement and stress-corrosion cracking of stainless steel. *Metallurgical Transactions A*, 1979, vol. 10, no. 7, pp. 935–941.
- Wang Y., Wang X., Gong J., Shen L., Dong W. Hydrogen embrittlement of cathodically hydrogen-precharged 304L austenitic stainless steel: Effect of plastic pre-strain. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2014, vol. 39, no. 25, pp. 13909–13918.
- Michler T., San Marchi C., Naumann J., Weber S., Martin M. Hydrogen environment embrittlement of stable

- austenitic steels. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2012, vol. 37, no. 21, pp. 16231–16246.
10. Michler T., Naumann J., Hock M., Berreth K., Balogh M.P., Sattler E. Microstructural properties controlling hydrogen environment embrittlement of cold worked 316 type austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering A*, 2015, vol. 628, pp. 252–261.
  11. Abraham D.P., Altstetter C.J. The effect of hydrogen on the yield and flow stress of an austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1995, vol. 26, no. 11, pp. 2849–2858.
  12. Abraham D.P., Altstetter C.J. Hydrogen-enhanced localization of plasticity in an austenitic stainless steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1995, vol. 26, no. 11, pp. 2859–2871.
  13. Koyama M., Akiyama E., Sawaguchi T., Ogawa K., Kireeva I.V., Chumlyakov Y.I., Tsuzaki K. Hydrogen-assisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel. *Corrosion Science*, 2013, vol. 75, pp. 345–353.
  14. Ferreira P.J., Robertson I.M., Birnbaum H.K. Hydrogen effects on the character of dislocations in high-purity aluminium. *Acta Materialia*, 1999, vol. 47, no. 10, pp. 2991–2998.
  15. Birnbaum H.K., Sofronis P. Hydrogen-enhanced localized plasticity—a mechanism for hydrogen-related fracture. *Materials Science and Engineering A*, 1994, vol. 176, no. 1-2, pp. 191–202.
  16. Robertson I.M. The effect of hydrogen on dislocation dynamics. *Engineering Fracture Mechanics*, 1999, vol. 65, no. 4, pp. 649–673.
  17. Sugiyama S., Ohkubo H., Takenaka M., Ohsawa K., Ansari M.I., Tsukuda N., Kuramoto E. The effect of electrical hydrogen charging on the strength of 316 stainless steel. *Journal of Nuclear Materials*, 2000, vol. 283-287, part 2, pp. 863–867.
  18. Backofen W. *Protsessy deformatsii* [Deformation processing]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1977. 288 p.
  19. Gavriluk V.G., Shivanyuk V.N. Reaction of hydrogen with structural materials based on iron. *Metal Science and Heat Treatment*, 2008, vol. 50, no. 5-6, pp. 269–272.
  20. Chateau J.P., Delafosse D., Magnin T. Numerical simulations of hydrogen-dislocation interactions in fcc stainless steels. Part II: hydrogen effects on crack tip plasticity as a stress corrosion crack. *Acta Materialia*, 2002, vol. 50, no. 6, pp. 1523–1538.

#### THE INFLUENCE OF HYDROGEN CHARGING ON THE MECHANICAL PROPERTIES AND FRACTURE MODE OF Cr17Ni13Mo3 AUSTENITIC STAINLESS STEEL

© 2017

*A.S. Fortuna*, student

*National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk (Russia)*

*V.A. Moskvina*, graduate student, engineer

*National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk (Russia)*

*Institute of Strength Physics and Materials Science*

*of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, Tomsk (Russia)*

*G.G. Maier*, PhD (Physics and Mathematics), junior researcher

*E.V. Melnikov*, junior researcher

*E.G. Astafurova*, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, leading researcher

*Institute of Strength Physics and Materials Science*

*of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, Tomsk (Russia)*

*Keywords:* austenitic steel; hydrogen charging; mechanical properties; fracture.

*Abstract:* The corrosion-resistant austenitic stainless steels have a prospect of practical use when producing the containers for hydrogen storage and transportation. Despite the high corrosive characteristics, the chromium-nickel steels have the propensity to hydrogen embrittlement. In particular, this effect is peculiar for steels with low stacking-fault energy, which have the tendency to strain-induced phase transformations. But hydrogen embrittlement is observed in stable steels as well. To determine the influence of hydrogen charging on mechanical properties and fracture mode of commercial stable austenitic Cr17Ni13Mo3 steel, the uniaxial static tensile tests have been conducted at room temperature using the hydrogen-charged (electrochemically saturated in the sulfuric acid aqua solution) specimens. The microstructure of the side surfaces and the fracture character were studied by scanning electron microscopy. The results of the mechanical tests, the microrelief of the side surfaces and fracture surfaces of hydrogen-charged specimens were compared with the results of the same tests for hydrogen-free specimens. Hydrogen-charging does not affect significantly the mechanical properties of steel under the study as well as the pattern of plastic flow. The values of yield offset, tensile strength at break, the elongation and the strain-hardening coefficient remain unchanged after the hydrogen charging. The retention of plastic properties under the hydrogen charging is caused by the presence of two competing processes. On the one hand, a hydrogen-saturated layer is developed on the side-surfaces of specimens after the electrochemical treatment, which leads to the brittle cracks formation on the surface (leads to the embrittlement). On the other hand, the hydrogen charging promotes the micro-localization of shear in one system, contributes to an increase in the planarity of the dislocation structure, and, as a consequence, raises the plasticity in the central part of the samples where the concentration of hydrogen is lower than on the side surfaces, and the hydrogen transfer is carried out by the crystal structure defects during the process of tension (leads to the plasticization).

## ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МАГНИТНЫЕ СВОЙСТВА АМОРФНЫХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ

© 2017

*А.В. Яковлев*, кандидат физико-математических наук, доцент,  
доцент кафедры педагогики и образовательных технологий  
*В.А. Федоров*, доктор физико-математических наук, профессор,  
профессор кафедры теоретической и экспериментальной физики, заслуженный деятель науки РФ  
*Т.Н. Плужникова*, кандидат физико-математических наук, доцент,  
доцент кафедры теоретической и экспериментальной физики  
*Д.Ю. Федотов*, ассистент кафедры теоретической и экспериментальной физики  
*А.Д. Березнер*, аспирант кафедры теоретической и экспериментальной физики  
*Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, Тамбов (Россия)*

**Ключевые слова:** отжиг; ползучесть; петля гистерезиса; структурная релаксация; намагниченность насыщения; коэрцитивное поле.

**Аннотация:** Исследовано влияние изохронного отжига, а также деформации при ползучести в переменном температурном поле на магнитные характеристики аморфных металлических сплавов на основе кобальта. Установлены значения коэрцитивных полей и намагниченности насыщения после указанных обработок и в зависимости от элементного состава. Исследованные сплавы в исходном состоянии являются магнитомягкими с узкой петлей гистерезиса. Установлена тенденция к росту величины коэрцитивного поля при приближении температуры отжига к температуре Кюри. На примере сплава марки АМАГ 180 показано, что величина намагниченности насыщения вначале монотонно убывает со снижением на 20 %, затем в диапазоне температур от 373 до 443 К наблюдается ее резкое снижение с ярко выраженным минимумом при температуре 443 К. При дальнейшем росте температуры отжига у сплава наблюдается повышение величины намагниченности насыщения, что может быть связано с тем, что у данного сплава не достигнута температура Кюри. Отмечено, что у всех исследованных сплавов с увеличением содержания кобальта и изменением соотношения концентраций железа, никеля и марганца наблюдается повышение значения коэрцитивного поля. Установлено, что увеличение содержания основы до концентрации 78,65 % приводит к снижению величины намагниченности насыщения. При дальнейшем росте содержания основы, а также изменении соотношения концентраций железа, никеля и марганца наблюдается тенденция к еще большему снижению величины намагниченности насыщения. Установлено, что деформацией при ползучести в переменном температурном поле можно уменьшать значения коэрцитивного поля и намагниченности насыщения у исследуемых сплавов. На основании полученных результатов можно говорить о возможности управления магнитными свойствами конкретного аморфного материала с помощью отжига и механического нагружения.

### ВВЕДЕНИЕ

Множество материалов, встречающихся в повседневной жизни, имеют хаотическую беспорядочную структуру. В них отмечается наличие ближнего порядка в расположении атомов и отсутствие дальнего порядка. Данные материалы получили название аморфные, или некристаллические, вещества. Если у этих веществ коэффициент сдвиговой вязкости превышает значение  $10^{13}$ – $10^{14}$  Н·с/м<sup>2</sup>, то их называют аморфными твердыми телами, которые могут быть диэлектриками, полупроводниками и металлами аналогично кристаллическим. Огромное внимание исследователей привлекают к себе аморфные металлические сплавы, или металлические стекла [1–3], благодаря совокупности уникальных физических свойств, которые нельзя получить в материалах с кристаллической структурой из-за отсутствия дальнего порядка в расположении атомов.

Высокая степень заинтересованности, которую вызывают металлические стекла [4–6], связана как с фундаментальными задачами, так и с прикладными отраслями применения этих материалов и изделий из них. До сих пор не выработаны целостные представления о строении металлических стекол [7–9], хотя написано множество статей по данной тематике. Имеющиеся модели аморфного состояния твердого тела [10–12] не способны объяснить его физические свойства и меха-

низмы изменения свойств в тех или иных процессах. Причина высоких магнитных свойств [13–15] металлических стекол заключается в том, что в них нет дефектов (дислокаций, границ зерен и т. д.), которые традиционно присутствуют в твердых телах, имеющих кристаллическую структуру. Модифицирование элементного состава и соотношения составляющих также позволяет воздействовать на магнитные свойства [16–18].

Необходимо подчеркнуть, что на настоящий момент нет единых представлений, объединяющих друг с другом процессы преобразования доменной структуры аморфных металлических сплавов, особенности их структурного состояния, магнитные, магнитоупругие свойства, несмотря на множество статей, посвященных данной проблеме.

Основные проблемы при разработке таких представлений заключаются в следующем: 1) в сложности наблюдения у таких сплавов доменной структуры и процесса ее перестройки под действием магнитного поля и упругих деформаций; 2) высокой чувствительности магнитной и фазовой структур к режимам предварительных обработок. Вместе с тем для интерпретации свойств металлических стекол почти не применялись соображения о механизмах изменения доменной структуры, которые были развиты для тонких магнитных пленок. Массовое привлечение этих понятий началось

в конце 90-х гг. XX – начале XXI в., после того как у аморфных металлических сплавов был выявлен эффект гигантского магнитоимпеданса [17; 19; 20].

Металлические стекла находят широкое применение в качестве чувствительных элементов датчиков магнитных полей, благодаря значительной восприимчивости электрического импеданса к изменению внешнего магнитного поля, открытой в начале 90-х гг. XX в. Это явление получило название магнитоимпедансный эффект. Есть данные о том, что импеданс также восприимчив к механическим напряжениям (так называемый стрессимпедансный эффект) и температуре.

Для того чтобы дать оценку величине и знаку константы магнитоотрицательности насыщения, необходимо получить информацию об особенностях магнитной анизотропии, которые можно выявить, исследуя эволюцию импеданса аморфных и нанокристаллических сплавов во внешнем магнитном поле и под действием механических напряжений. Следовательно, магнитоимпедансный и стрессимпедансный эффекты играют роль дополнительных подходов при изучении магнитных свойств материалов. Зная термическое поведение импеданса, магнито- и стрессимпедансных эффектов, можно получить данные о температурной эволюции магнитных свойств, которые зачастую сложно выявить другими способами.

В последнее время одной из основных задач физики неупорядоченных сред стало целенаправленное управление их магнитными свойствами. Продолжение исследований в этой области неотъемлемо связано с изучением взаимосвязи магнитных и магнитоупругих свойств металлических стекол, с процессами перестройки их доменной структуры под влиянием внешних магнитных полей и упругих деформаций.

До настоящего времени полностью не изучена эволюция магнитоупругих свойств аморфных сплавов в магнитных полях, а также воздействие на эти характеристики различных видов предыстории сплавов и упругих деформаций. Не систематизированы понятия о механизмах перестройки магнитной доменной структуры в аморфных металлических пленках, лентах и проволоках, под действием магнитного поля и упругих напряжений. Практически не выяснены вопросы влияния рельефа поверхности и неоднородностей магнитной структуры на магнитные и магнитоупругие свойства аморфных металлических сплавов. Одной из значительных проблем при исследовании неупорядоченных сред, таких как аморфные металлические сплавы, остается стабильность магнитных свойств и контроль изменений их физических и механических характеристик.

Цель работы – исследование влияния отжига и процессов ползучести в переменном температурном поле на коэрцитивное поле и намагниченность насыщения в магнитомягких сплавах на основе кобальта.

#### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

В работе проведены исследования магнитных характеристик аморфных металлических сплавов. Для проведения исследований использовали ленты аморфных сплавов на основе Co систем: Co-Fe-Mn-Si-Cr-B-Ni (АМАГ 170, АМАГ 172, АМАГ 179, АМАГ 180), Co-Fe-Mn-Si-B-Cr (АМАГ 183, АМАГ 186), полученных методом спиннингования с различным содержа-

нием основы и набором составляющих. Размеры образцов для исследований – 0,02×3,5×80 мм. В первой серии экспериментов образцы подвергали десятиминутному изохронному отжигу при температурах 323–893 К. Во второй серии образцы подвергали испытаниям на ползучесть в переменном температурном поле, причем исследовали образцы на различных стадиях ползучести при достижении температур, указанных выше. Для этого образец вместе с закрепленным грузом ( $m=0,09$  кг) помещали в печь и нагревали в воздушной среде в температурном интервале от 300 до 1200 К. Скорость нагрева составляла 2 К/с. Температуру образца фиксировали лазерным пирометром Testo-845 и термопарой. Удлинение образцов измеряли лазерным триангуляционным датчиком. После указанных воздействий исследовали магнитные характеристики на вибрационном магнитометре фирмы LakeShore. Для всех образцов определяли намагниченность насыщения и коэрцитивное поле. Были сняты также петли гистерезиса для всех образцов исследованных сплавов.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Все исследованные сплавы в исходном состоянии являются магнитомягкими с узкой петлей гистерезиса. Типичный вид петли гистерезиса приведен на рис. 1. В ходе работы установлены значения коэрцитивных полей и намагниченности насыщения после описанных выше обработок и в зависимости от элементного состава. Увеличение содержания основы приводит вначале к незначительному снижению величины коэрцитивного поля. При увеличении концентрации основы и изменении соотношения концентраций железа, никеля и марганца (таблица 1) происходит увеличение значений коэрцитивного поля (рис. 2 а). Величина намагниченности насыщения с ростом содержания основы практически монотонно падает (рис. 2 б).

Для образцов сплавов АМАГ 179, АМАГ 180, АМАГ 183, АМАГ 186, подвергавшихся десятиминутному отжигу при различных температурах, определены зависимости величин коэрцитивного поля и намагниченности насыщения от температуры отжига.

Зависимость величины коэрцитивного поля от температуры отжига представлена на рис. 3. Видно, что вначале коэрцитивное поле имеет низкие значения вплоть до температуры 743 К. В этом диапазоне температур коэрцитивное поле образцов изменяется в пределах 35 %. Полученная зависимость коэрцитивного поля от температуры отжига показывает тенденцию к росту коэрцитивного поля при приближении температуры отжига к температуре Кюри, что может быть связано с началом фазового перехода второго рода, обусловленного резкой переменной магнитных свойств, приводящей к разрушению исходной магнитной структуры исследуемых сплавов, что обусловлено атомными перестройками, а также, возможно, переориентацией доменных областей как в образующихся кристаллах, так и в аморфной матрице. Зависимость намагниченности насыщения от температуры отжига для сплава АМАГ 180 представлена на рис. 4, зависимость 1. Видно, что намагниченность насыщения вначале убывает со снижением на 20 %, что предположительно связано с устранением структурной релаксацией локальных напряжений при повышении температуры отжига. Затем в диапазоне

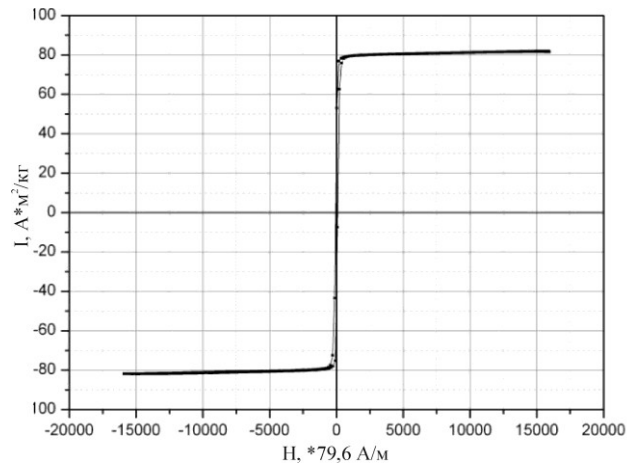


Рис. 1. Характерный вид петли гистерезиса для магнитомягких аморфных металлических сплавов на основе кобальта

Таблица 1. Элементный состав ленточных металлических стекол, %

Марка	Co	Fe	Ni	Si	Mn	B	Cr
АМАГ 170	70,42	4,72	10,46	9,00	2,10	2	1,30
АМАГ 172	71,65	4,75	10,92	8,16	1,13	2	1,39
АМАГ 179	78,10	3,31	8,19	5,48	1,61	2	1,31
АМАГ 180	78,65	4,03	4,73	7,22	1,88	2	1,49
АМАГ 183	82,69	2,21	—	7,77	4,19	2	1,14
АМАГ 186	85,41	2,27	—	5,15	4,07	2	1,10

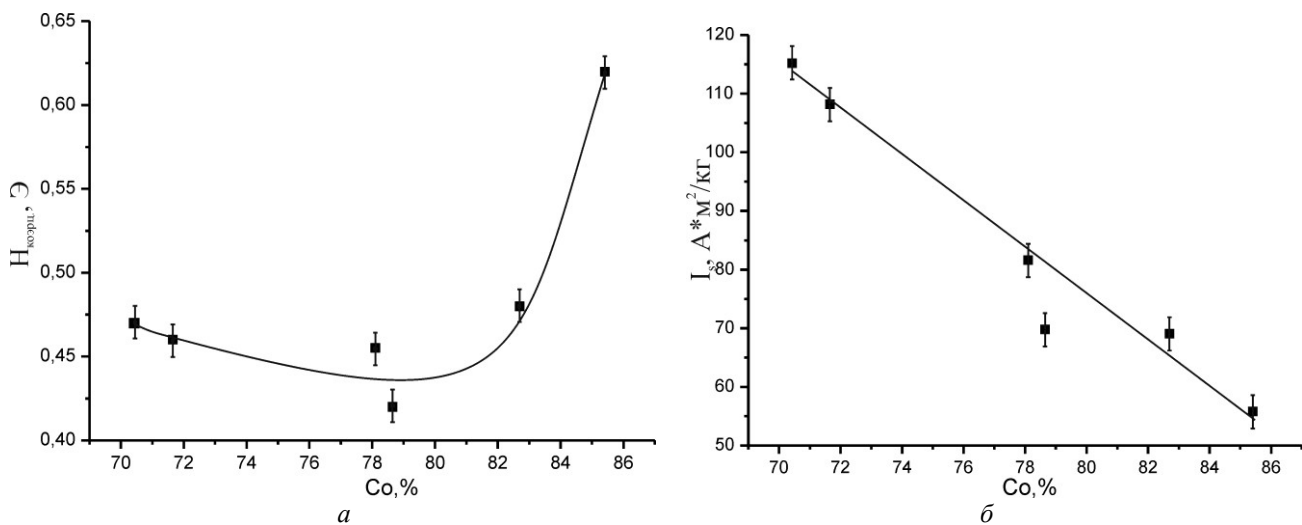


Рис. 2. Зависимость величины коэрцитивного поля (а) и величины намагниченности насыщения (б) от концентрации кобальта

температур от 373 до 443 К наблюдается ее резкое снижение с ярко выраженным минимумом при температуре 443 К.

При дальнейшем росте температуры отжига у сплава наблюдается повышение величины намагниченности насыщения, что может быть связано с отсутствием процессов перестройки магнитной структуры материала, так как не достигнута температура Кюри.

При испытаниях на ползучесть в переменном температурном поле также наблюдали рост коэрцитивного

поля (рис. 5). Однако в сравнении с ростом коэрцитивного поля для образцов после отжига это возрастание происходит в меньшей степени.

В случае испытаний на ползучесть с увеличением температуры намагниченность насыщения изменяется по зависимости с максимумом (рис. 4, зависимость 2).

Величина намагниченности насыщения при испытаниях на ползучесть в переменном температурном поле также ниже в сравнении с образцами после отжига,

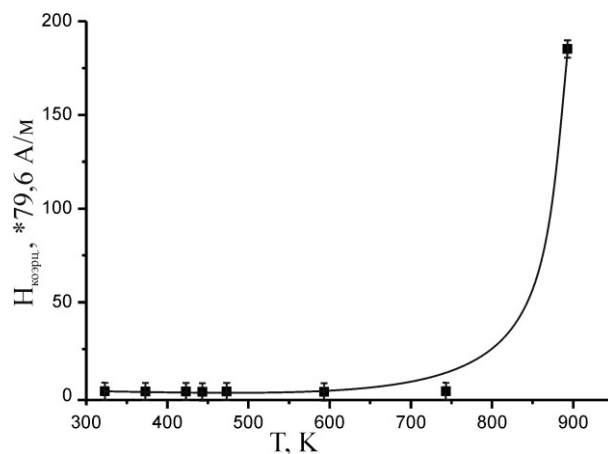


Рис. 3. Зависимость величины коэрцитивного поля от температуры отжига (сплав АМАГ 180)

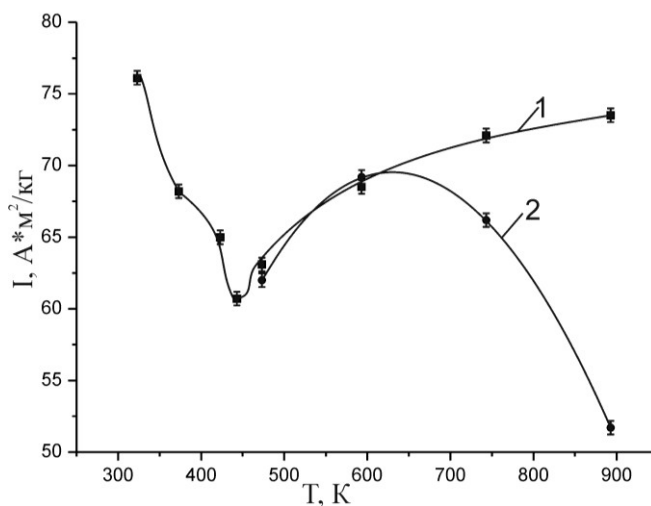


Рис. 4. Зависимости намагниченности насыщения: 1 – от температуры отжига; 2 – от температуры, достигнутой при испытаниях на ползучесть (сплав АМАГ 180)

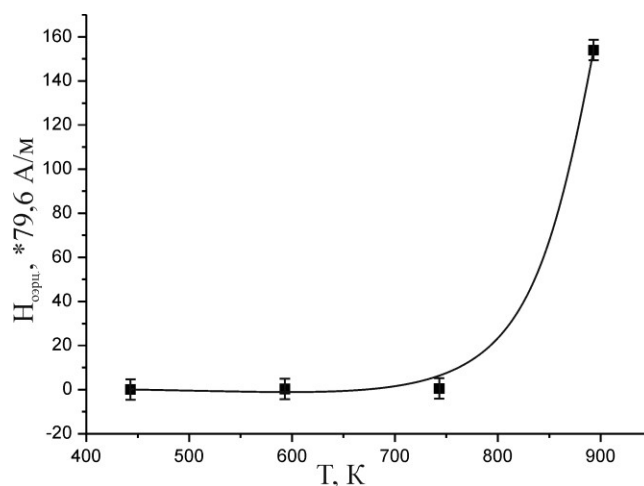


Рис. 5. Зависимость коэрцитивного поля от температуры, достигнутой при испытаниях на ползучесть (сплав АМАГ 180)

а в интервале температур 530–615 К в пределах погрешности измерений их значения сопоставимы (рис. 4, зависимость 2).

Такое поведение магнитных характеристик обусловлено дополнительным воздействием деформации на физические свойства исследуемых аморфных металлических сплавов.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Изменение коэрцитивного поля и намагниченности насыщения при указанных воздействиях предположительно связано с устранением анизотропии, обусловленной спонтанными структурными дефектами, такими как пары атомов с измененной валентностью, микрообласти с пониженной и повышенной плотностью упаковки атомов, поры, межкластерные границы, трещины и т. д., и со снятием закалочных напряжений. Нагружение образца при ползучести в переменном температурном поле вызывает уменьшение величины коэрцитивного поля и намагниченности насыщения. По-видимому, это связано с топологическим упорядочением, что в результате приводит к изменению магнитной структуры материала, а именно к перестройке доменных областей. Следует отметить, что на основании полученных результатов можно говорить о возможности управления магнитными свойствами конкретного аморфного материала с помощью отжига и механического нагружения, что является важным заключением для современной промышленности.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Таким образом, установлено, что магнитные характеристики образцов аморфных металлических сплавов с различным содержанием кобальта зависят от концентрации основы, а также от соотношения концентраций основы, железа, марганца и никеля. Изменяя соотношение последних, можно получать сплавы с заданными свойствами, в частности, повышать или понижать магнитные характеристики; также изменять магнитные характеристики исследуемых сплавов можно отжигом и деформацией при ползучести в переменном температурном поле.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (грант № 15-01-04553\_а).*

*Статья подготовлена по материалам докладов участников VIII Международной школы «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 3–12 сентября 2017 г.*

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Золотухин И.В., Калинин Ю.Е. Аморфные металлические сплавы // Успехи физических наук. 1990. Т. 160. № 9. С. 75–110.
2. Гилман Д.Д., Лими Х.Д. Металлические стекла. М.: Металлургия, 1984. 264 с.
3. Алехин В.П., Хоник В.А. Структура и физические закономерности деформации аморфных сплавов. М.: Металлургия, 1992. 248 с.
4. Глезер А.М., Пермякова И.Е., Громов В.Е., Коваленко В.В. Механическое поведение аморфных сплавов. Новокузнецк: Изд-во СибГИУ, 2006. 416 с.
5. Золотухин И.В. Физические свойства аморфных металлических материалов. М.: Металлургия, 1986. 176 с.

6. Аморфные металлические сплавы / под ред. Ф.Е. Люборского. М.: Металлургия, 1987. 584 с.
7. Судзуки К., Фудзимори Х., Хасимото К. Аморфные металлы. М.: Металлургия, 1987. 328 с.
8. Забелин С.А., Зеленский В.А. Некоторые закономерности деформации аморфных металлических материалов при температурах (293 К – 1,1  $T_K$ ) // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. 2013. Т. 18. № 4-2. С. 2044–2045.
9. Федоров В.А., Плужникова Т.Н., Сидоров С.А. Влияние импульсного электрического тока на ход зависимостей механическое напряжение–деформация в аморфных и нанокристаллических металлических сплавах // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2013. № 12. С. 62–64.
10. Федоров В.А., Яковлев А.В. Проявление электропластического эффекта в металлических стеклах // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2013. № 3. С. 99–105.
11. Stolyarov V.V. Electroplastic effect in nanocrystalline and amorphous alloys // Materials Science and Technology. 2015. Vol. 31. № 13a. P. 1536–1540.
12. Yiu P., Hsueh C.H., Shek C.H. Electroplastic forming in a Fe-based metallic glass ribbon // Journal of Alloys and Compounds. 2016. Vol. 658. P. 795–799.
13. Egami T. Magnetic amorphous alloys: physics and technological applications // Reports on Progress in Physics. 1984. Vol. 47. № 12. P. 1601–1725.
14. McHenry M.E., Willard M.A., Laughlin D.E. Amorphous and nanocrystal-line materials for application as soft magnets // Progress in Materials Science. 1999. Vol. 44. № 4. P. 291–433.
15. Diaz J., Hamdan N.M., Jalil P., Hussain Z., Valvidares S.M., Alameda J.M. Understanding the magnetic anisotropy in Fe-Si amorphous alloys // IEEE Transactions on Magnetics. 2002. Vol. 38. № 5. P. 2811–2813.
16. Яковлев А.В., Плужникова Т.Н., Федотов Д.Ю., Березнер А.Д., Франшишку Д.А. Изменение магнитных свойств аморфных металлических сплавов, вызванное внешним воздействием // Вестник Тамбовского университета. Серия: Естественные и технические науки. 2016. Т. 21. № 3. С. 1453–1455.
17. Анашко А.А., Семиров А.В., Гаврилюк А.А., Душутин К.В. Влияние отжига на магнитоимпедансный эффект в аморфных FeCoMoSiB лентах // Журнал технической физики. 2004. Т. 74. № 8. С. 128–129.
18. Андреев А.С., Никитин С.А. Магнитные свойства аморфных сплавов редкоземельных металлов с переходными 3d-металлами // Успехи физических наук. 1997. Т. 167. № 6. С. 605–622.
19. Семиров А.В., Дервянко М.С., Букреев Д.А., Моисеев А.А., Курляндская Г.В. Импеданс и магнитные свойства аморфных лент CoFeCrSiB вблизи температуры Кюри // Журнал технической физики. 2013. Т. 83. № 5. С. 154–157.
20. Phan M.-H., Peng H.-X. Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications // Progress in Materials Science. 2008. Vol. 53. № 2. P. 323–420.

### REFERENCES

1. Zolotukhin I.V., Kalinin Y.E. Amorphous metallic alloys. *Soviet Physics – Uspekhi*, 1990, vol. 33, no. 9, pp. 720–738.



2. Gilman D.D., Limi Kh.D. *Metallicheskie stekla* [Metallic glasses]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1984. 264 p.
3. Alekhin V.P., Khonik V.A. *Struktura i fizicheskie zakonomernosti deformatsii amorfnykh splavov* [The structure and physical deformation patterns of amorphous alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1992. 248 p.
4. Glezer A.M., Permyakova I.E., Gromov V.E., Kovalenko V.V. *Mekhanicheskoe povedenie amorfnykh splavov* [The mechanical behavior of amorphous alloys]. Novokuznetsk, SibGIU Publ., 2006. 416 p.
5. Zolotukhin I.V. *Fizicheskie svoystva amorfnykh metallicheskikh materialov* [Physical properties of amorphous metallic materials]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1986. 176 p.
6. Lyuborsky F.E., ed. *Amorfnye metallicheskie splavy* [Amorphous metal alloys]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1987. 584 p.
7. Sudzuki K., Fudzimori Kh., Khasimoto K. *Amorfnye metally* [Amorphous metals]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1987. 328 p.
8. Zabelin S.F., Zelensky V.A. Some laws of strain amorphous metallic materials at temperatures (293 K – 1,1  $T_c$ ). *Vestnik Tambovskogo universiteta. Seriya: Estestvennyye i tekhnicheskie nauki*, 2013, vol. 18, no. 4-2, pp. 2044–2045.
9. Fedorov V.A., Pluzhnikova T.N., Sidorova S.A. The effect of pulsed electric current on the dependence mechanical stress-deformation in amorphous and nanocrystalline metallic alloys. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Chernaya metallurgiya*, 2013, no. 12, pp. 62–64.
10. Fedorov V.A., Yakovlev A.V. Manifestation electroplastic effect in metallic galss. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2013, no. 3, pp. 99–105.
11. Stolyarov V.V. Electroplastic effect in nanocrystalline and amorphous alloys. *Materials Science and Technology*, 2015, vol. 31, no. 13a, pp. 1536–1540.
12. Yiu P., Hsueh C.H., Shek C.H. Electroplastic forming in a Fe-based metallic glass ribbon. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, vol. 658, pp. 795–799.
13. Egami T. Magnetic amorphous alloys: physics and technological applications. *Reports on Progress in Physics*, 1984, vol. 47, no. 12, pp. 1601–1725.
14. McHenry M.E., Willard M.A., Laughlin D.E. Amorphous and nanocrystal-line materials for application as soft magnets. *Progress in Materials Science*, 1999, vol. 44, no. 4, pp. 291–433.
15. Diaz J., Hamdan N.M., Jalil P., Hussain Z., Valvidares S.M., Alameda J.M. Understanding the magnetic anisotropy in Fe-Si amorphous alloys. *IEEE Transactions on Magnetism*, 2002, vol. 38, no. 5, pp. 2811–2813.
16. Yakovlev A.V., Pluzhnikova T.N., Fedotov D.Yu., Berезner A.D., Francisco D.A. The magnetic properties of amorphous metal alloys due to external effects. *Vestnik Tambovskogo universiteta. Seriya: Estestvennyye i tekhnicheskie nauki*, 2016, vol. 21, no. 3, pp. 1453–1455.
17. Anashko A.A., Semirov A.V., Vavrilyuk A.A., Dushutin K.V. Influence of annealing on the magnetoimpedance effect in amorphous FeCoMoSiB ribbons. *Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics*, 2004, vol. 74, no. 8, pp. 128–129.
18. Andreenko A.S., Nikitin S.A. Magnetic properties of amorphous rare-earth – 3D-transition-metal. *Physics-Uspokhi*, 1997, vol. 40, no. 6, pp. 581–597.
19. Semirov A.V., Derevyanko M.S., Bukreev D.A., Moiseev A.A., Kurlyandskaya G.V. Impedance and magnetic properties of CoFeCrSiB amorphous ribbons near the Curie point. *Technical Physics. The Russian Journal of Applied Physics*, 2013, vol. 58, no. 5, pp. 774–777.
20. Phan M.-H., Peng H.-X. Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, 2008, vol. 53, no. 2, pp. 323–420.

THE INFLUENCE OF THERMAL TREATMENT ON THE MAGNETIC PROPERTIES  
OF AMORPHOUS METALLIC ALLOYS

© 2017

**A.V. Yakovlev**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor,  
assistant professor of Chair of Pedagogy and Educational Technologies  
**V.A. Fedorov**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,  
professor of Chair of Theoretical and Experimental Physics, Honored master of sciences  
**T.N. Pluzhnikova**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor,  
assistant professor of Chair of Theoretical and Experimental Physics  
**D.Yu. Fedotov**, assistant of Chair of Theoretical and Experimental Physics  
**A.D. Berezner**, postgraduate student of Chair of Theoretical and Experimental Physics  
*Tambov State University named after G.R. Derzhavin, Tambov (Russia)*

*Keywords:* annealing; creep; hysteresis loop; structural relaxation; saturation magnetization; coercive field.

*Abstract:* The influence of isochronous annealing and the influence of deformation of creep in the changing temperature field on the magnetic properties of the amorphous cobalt-based metallic alloys are studied. The authors determined the values of coercive fields and saturation magnetization after these treatments and depending on the elemental composition. The studied alloys in the initial state are soft magnetic alloys with the narrow hysteresis loop. The study detected the tendency to increase in the coercive field value when the annealing temperature approaches the Curie temperature. On the example of AMAG 180 alloy, it is shown that, at the beginning, the saturation magnetization value decreases monotonically with the decrease by 20 %, and then, within the temperature range from 373 K to 443 K, its sharp decrease with the clearly defined minimum at the temperature of 443 K is observed. With the further annealing temperature increase, the alloy demonstrates the increase in the saturation magnetization value, which may be associated with the fact that given alloy does not achieve Curie temperature. It is noted that with the increase in cobalt content and the change in the ratio of ferrum, nickel and manganese concentrations, the increase in the coercive field value is observed in all studied alloys. It was found that the increase in the base content to the concentration of 78.8 % leads to the decrease in the saturation magnetization value. In the case of the further increase in base content and the change in the ratio of ferrum, nickel and manganese concentrations, the tendency to further decrease in the saturation magnetization value is observed. It is determined that it is possible to decrease the values of coercive field and the saturation magnetization in the alloys under the study by means of deformation of creep in the changing temperature field. Based on the results obtained, it is possible to speak about the possibility of controlling the magnetic properties of a particular amorphous material using annealing and mechanical loading.

---

# ГУМАНИТАРНЫЕ НАУКИ

---



**ПЕРЕВОД КАК «ДИАЛЕКТ ВСЕОБЩЕГО ЯЗЫКА ПОЭЗИИ»:  
РУССКАЯ ПОЭЗИЯ В «МУЗЕЕ СОВРЕМЕННОЙ ПОЭЗИИ» (1960/2002) Г.М. ЭНЦЕНСБЕРГЕРА**

© 2017

*Т.Н. Андреюшкина*, доктор филологических наук, доцент,  
профессор кафедры «Теория и практика перевода»  
*Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)*

*Ключевые слова:* модернизм; поэзия авангарда; поэтический перевод; Пастернак; Хлебников; Маяковский; Мандельштам; Есенин.

*Аннотация:* «Музей современной поэзии», составленный в 1960 г. и переизданный в 1979 и 2002 гг. выдающимся современным немецким поэтом Г.М. Энциенсбергером (р. 1929), к политическим и художественным взглядам которого до сих пор прислушивается литературная элита Запада, содержит переводы пяти великих поэтов русского авангарда: Велимира Хлебникова, Бориса Пастернака, Осипа Мандельштама, Владимира Маяковского и Сергея Есенина. Уже факт трехкратного переиздания книги свидетельствует об актуальности «Музея». В статье отмечается своеобразный подход Г.М. Энциенсбергера к отбору поэтов и стихотворений для «Музея»: в лице русских поэтов-авангардистов он подчеркнул важную роль, которую они сыграли в развитии мировой поэзии XX в., внося новое слово в поэзию, развивая прогрессивные идеи и отражая творческий дух эпохи. Стихотворения русских поэтов представлены в «Музее» в переводах А. Коваля, К. Пеш, А.Э. Тоса, П. Целана и К. Дедедиуса, переводческая деятельность которых недостаточно изучена в отечественном переводоведении. Указанные переводы обнаруживают свои потери и свои достоинства, являя собой вариант стихотворения-оригинала как «диалект всеобщего языка поэзии» (Г.М. Энциенсбергер). На фоне названных переводов в статье особо выделяется перевод П. Целана, великого немецкого поэта, создавшего конгениальные переводы поэзии Есенина и Мандельштама. В статье проведен анализ переводов, показавший, что они не являются близкими по букве и метру оригиналам, но демонстрируют творческий, высокопоэтический подход к созданию стихотворения, которое не уступает оригиналу в новаторстве и поэтичности. Кроме того, в статье показаны те новаторские приемы, которые свойственны как собственным стихотворениям П. Целана, так и авангардной поэзии XX в.: анаграмматичность, переназывания, перестановка, добавления, дробления, сдвиги, атональность, восхождения к «семенам слов» (В. Хлебников), паронимия, палиндромия, «деавтоматизация» (Ю. Тынянов), «смыслословия» (С. Бирюков).

### **ВВЕДЕНИЕ**

Поэтический перевод – наиболее сложный вид перевода, но столь же необходимый, как и любой другой [1; 2]. Он способствует развитию мировой поэзии, взаимовлиянию и взаимообогащению культур [3; 4], что чрезвычайно актуально в современную эпоху глобализации. Это важно в эпоху, когда по политическим или идеологическим причинам взаимопроникновение культур искусственно затормаживается, мешая общению поэтов, тормозя развитие национальных литератур в контексте мировой культуры [5; 6]. Ничто не может помешать поэтам переводить отдельные стихотворения созвучных их творчеству иноязычных поэтов, но собрать эти переводы воедино, восстановив по возможности полную картину поэзии за несколько десятков лет, удастся лишь немногим. Такую миссию взял на себя немецкий поэт современности Г.М. Энциенсбергер (р. 1929), хорошо известный в немецкоязычном пространстве и частично переведенный на русский язык. Он объединил в своей антологии поэтов, восприятие которых в последнее время претерпело значительные изменения в связи с поворотом в сторону структурного изучения текста [7–9], а также в сторону изучения конструктивных, смысловых и музыкальных особенностей стихотворного языка поэтов-авангардистов [10–13]. Как считают теоретики поэтического перевода [14; 15], особого внимания заслуживает также воспроизведение эстетической функции переводимого произведения. Цель статьи – на фоне взаимовлияния немецкой и русской культур показать, что только сотворчество автора и переводчика может способствовать созданию эквивалентного эпохе

и стилю автора перевода. Цель может быть достигнута, если проанализировать имеющиеся в антологии Г.М. Энциенсбергера поэтические переводы русских поэтов эпохи модерна и выявить их достоинства и недостатки, отметив вклад исследуемых поэтов и переводчиков в развитие «всеобщего языка поэзии».

### **РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ**

Модернистской, или современной, поэзией Г.М. Энциенсбергер называет «поэзию после Уитмена и Бодлера, Рембо и Маларме» [16, с. 765], отмечая 100-летие с момента ее появления публикацией своей антологии «Музей современной поэзии» (867 с., 352 стихотворения) в 1960 г., выпустив ее вторично с исправлениями в 1979 г., а в 2002 г. переиздав вновь и отразив наиболее полную картину мировой поэзии за 35 лет (с 1910 по 1945 г.) в лице 100 авторов из 35 стран.

Русская поэзия представлена в «Музее» Г.М. Энциенсбергера пятью именами – это Велимир Хлебников (1885–1922), Борис Пастернак (1890–1960), Осип Мандельштам (1891–1938), Владимир Маяковский (1894–1930) и Сергей Есенин (1895–1925). Б. Пастернак интроспективен Г.М. Энциенсбергеру не только как великий русский поэт и нобелевский лауреат, но и как человек, связанный с немецкой культурой. Б. Пастернак учился в Марбурге, переводил И.В. Гете и Г. Клейста. Г.М. Энциенсбергер сообщает также, что О. Мандельштам учился в Гейдельберге.

Г.М. Энциенсбергер приводит определение, данное В. Хлебникову В. Маяковским: это «Колумб новых поэтических континентов» [16, с. 806], но опубликовавший

при жизни только часть своего наследия, так как жил и умер в бедности. Г.М. Энценсбергер отмечает исключительные лингвистические познания поэта. Немыслимые проекты будетлянина и склонность к мегаломании привели его в Персию, и многие годы о поэте ничего не знали. Полвека прошло, прежде чем появилось полное собрание его сочинений в Мюнхене (1972).

«Иранская песня» и «Азия» В. Хлебникова, «Зеркало» и «Определение поэзии» Б. Пастернака опубликованы в «Музее» в переводе А. Ковалю, а «Зимняя ночь» и «Из стихов о Пушкине» – в переводе К. Пеш. Стихотворения О. Мандельштама («Концерт на вокзале», «Бессонница. Гомер», «Нашедший подкову», «1 января 1924»), как и стихотворения С. Есенина («На небесном синем блюде», «Нивы сжаты, рощи голы», «Устал я жить в родном краю», «Кобыльи корабли»), в антологии переведены П. Целаном. Из В. Маяковского Г.М. Энценсбергер выбирает три стихотворения: «Сергею Есенину» в переводе К. Дедедиуса, «Флейта-позвоночник» и отрывок из поэмы «Облако в штанах» в переводе А.Э. Тоса.

К. Дедедиус (р. 1921), посредник между немецкой и польской литературами, выучил русский язык за шесть лет, проведенных в советском плену. Всю свою жизнь как переводчик и директор немецкого института Польши в Германии он создавал мост между Востоком и Западом (за 90 лет поэт перевел 3000 стихотворений 300 авторов). К. Дедедиус умело переводит «Сергею Есенину» В. Маяковского, тщательно сохраняя лесенки и рифмы поэта. Потеря при переводе немного: причастия переводятся композитами («Летите, / в звезды врезываясь» – “*Sie fliegen / zwischen Himmelslichtern*”; «недоуменье смяло» – “*Verzweiflungsakt*” [16, с. 322]), что придает стихотворению статику, не свойственную В. Маяковскому, но отражает тренд немецкого языка к образованию сложных слов. Из стихотворения пропадают слова: «Англетер», бис, мистерии, мастеровой, а вместо «ядер» появляются «ракеты», что, с одной стороны, является анахронизмом, с другой стороны, придает стихам звучание современности.

Г.М. Энценсбергер выбирает поэмы («Флейта-позвоночник» и «Облако в штанах»), которые действительно выразили эпоху, авангардистское восприятие мира и выражение чувств человека начала нового века. В. Маяковский, не случайно упоминающий в своей поэме немцев и французов, царицу Сиона и короля Альберта, Пирра и святую Елену, Лондон и Сахару, Сену и Сокольники, Травяту и Гретхен, Млечный путь и Невский, Гофмана и Гете, суд божий и земной, небо и землю, стягивает в единое целое картину мира, создавая свою «Песню песней». Как У. Шекспир, он уготовил любимой «корону в веках», благодаря любви он готов уверовать в бога, вверяя свои страдания поэзии и прибывая себя «гвоздями слов к бумаге» [16, с. 353]. Главные потери при переводе А.Э. Тоса – это сокращения строк в строфе, замена императивов индикативом, причастий – глаголами. Все это снижает эмоциональный накал высказывания. Но для немецкой поэзии и такой вариант непривычно выразителен.

То же самое можно сказать и о переводе поэмы «Облако в штанах», из которой выбраны небольшие отрывки (5 стр.). Кроме усечения строф, уменьшается количество восклицательных знаков, не используются при-

лагательные с уменьшительно-ласкательными суффиксами; предложения без личных местоимений у В. Маяковского становятся полными в переводе, утрачивая определенные коннотации, например запанибратство в разговоре с богом.

Как и В. Маяковского, Г.М. Энценсбергер ценит В. Хлебникова за «инженерный подход» к стихам и слову. Лексически переводы А. Ковалю верны, но они не улавливают ни ритма, ни сказовой интонации стихов В. Хлебникова (ср. «Они ходят, приговаривают» – “*Sie gehen und sprechen so vor sich hin*”), не сохраняют ни одной хлебниковской рифмы, которые сгладил бы абсолютно прозаический перевод А. Ковалю: «чудаков / судаков»; «в лоб / стоп», «приговаривают / и поваривают»; «соврет / самолет» – “*Sonderlinge / Zander*”; “*Stirn / halt*”; “*vor sich hin / die Fischsuppe*”; “*nicht lügen / ein Flugzeug*” [16, с. 138], хотя верлибры в немецкой поэзии используются чаще, чем в русской. Еще больше расхождений с оригиналом в стихотворении «Азия», в котором у В. Хлебникова четыре глагола (дважды повторяется «был»), а у А. Ковалю – десять. Желание разъяснить все в стихотворении приводит к его прозаизации и опрошению, это противоречит поэтическому принципу недосказанности. Не случайно у А. Ковалю семь союзов, вводящих сложносочиненные и сложноподчиненные предложения, у В. Хлебникова – только один союз с придаточным предложением и три неполных простых предложения (у А. Ковалю их шесть). Пытаясь передать «детский синтаксис» и «почерк бабочки» [10, с. 368], А. Коваль рационализирует и утяжеляет «инфантилизм поэтического слова» [10, с. 368] В. Хлебникова. Вместо перечислительных рядов в оригинале у А. Ковалю появляются полноценные предложения, которые сбивают лирическую интонацию. Внутренние рифмы («повитуха / старуха», «нажим / служила», «многоочия / воочию») и аллитерации («мечом / зачать», «царей / восклицанья», «чернилами / ночью») при наличии двух конечных рифм («уха / старуха», «робко / скобкой»), служащие скрепой стиха у В. Хлебникова, встречаются у А. Ковалю реже – “*braune Brust*”, “*Sklatin / Zaren*”, “*Schwert / kennt*”, “*Schrift / schrieb*”, “*Zaren / Zeichen*”, “*Kluft / Klammer*” [16, с. 562], частично сохраняя хлебниковские «смысловые» и иронию, но в целом превращая стихотворение в хронику, что немецкому читателю, вероятно, ближе. Конечно, переводить «Лобачевского слова» [10, с. 370] – задача не из легких. Но понимание того, что «голос Хлебникова в современной поэзии уже сказан» [10, с. 365], эти переводы передают.

Принцип лексической эквивалентности не нарушается А. Ковалем и при переводе Б. Пастернака. В «Зеркале» он пытается буквально передать не только лексический, но и синтаксический строй стихотворения, отчего даже рифмы сохраняются, если слова интернациональные («какао / хаос» – “*Kakao / Chaos*”), но в остальных случаях рифмы исчезают, строки удлиняются и из-за придаточных предложений прозаизируются. Переводчик допускает и одну неточность, переводя слово «салит» (от игры в салки) как «пачкает» (“*beschmutzt*” [16, с. 38]). Это стремление к лексическому буквализму приводит к ошибкам и в «Определении поэзии»: он переводит «круто налившийся свист» как «текущий» (“*fließender*”), «заглохший горох» как «замолчавший»

(“*verstummt*”), «лопатки» как «маленькие лопаты», «садок» как «садик». Кроме того, он убирает шестикратный повтор «это», что придавало тексту характер манифеста, дающего ряд определений поэзии. И наконец, последняя строка сводит мысль Б. Пастернака до ее противоположного значения («Этим звездам к лицу б хохотать, / Ан вселенная – место глухое» – “*Es könnte sich begeben, dass die Sterne lachen, / aber auch, dass das Weltall schweigt*” [16, с. 108]).

Два других стихотворения Б. Пастернака – «Из стихов Пушкина» и «Зимняя ночь» уже потому ближе к оригиналу, что сохраняют рифмы, хотя вместо 5- и 6-стопного хорей в переводе появляются смешанные размеры. Все образы сохранены, хотя переводчик не следует слепо за каждым словом автора. К сожалению, в тексте перевода нет тех пленительных аллитераций Б. Пастернака, которые были открытием авангардом палиндромии, паронимии [11; 12] и многозначности звуковой образности слов при возвращении их к «семенам слов»: «мылись мысь», «слепла соль», «слезы высухали», «заплывали губы голубой улыбкою пустыни», «ветерок с Марокко», «храпел в снегах Архангельск», «черновик “Пророка” просыхал» [16, с. 76]; «усилиями светилен», «не поднять теням», «на земле зима», «пышки крыш», «косяк особняка», «тротуар в буграх», «нелюдимый дым» [16, с. 111].

Переводы П. Целана отличаются авторским своеобразием [17–19], так что при сохранении лексического материала оно позволяет П. Целану создать практически конгениальную вариацию стихотворений С. Есенина. «Устал я жить в родном краю» Есенина он переводит не 4-стопным, а 5-стопным ямбом (“*In meiner Heimat leb ich nicht mehr gern*” [16, с. 141]), вслед за немецкой традицией сохраняя элегический тон 5-стопного размера. П. Целан «перепевает» С. Есенина с помощью излишества лексического материала, повторов, вариаций, сохраняя главное – рифмы, чередование мужских и женских каденций, мелодию, грусть песни, утрачивая простоту и народность слога. Он уводит С. Есенина от народной традиции в традицию романтическую, чтобы снять с него стереотип «деревенской простоты» и включить в традицию высокой поэзии.

«На небесном синем блюде» размер сохраняется (4-стопный хорей), но напевность лирики С. Есенина заменяется большим дроблением строк и строф, аграмматизмом, неоднократным использованием анжамбеманов (5), а также существительных в именительном падеже, что придает стихотворению характер каталога, вместо имеющих место у С. Есенина предложного, творительного, родительного падежей, объединяющих высказывание в связное предложение. Монтаж (“*Nacht und Menschen*”; “*Wolkenbalken, Fichten*”; “*Hänge: Finger*”; “*Rauch und Schleier*”), климакс (“*einer*”, “*einsam*”, “*unbegleitet*”) и грамматические сдвиги: замена существительного глаголом («капля» – “*tropft*”), а глагола в личной форме – субстантивированным инфинитивом («крячет цапля» – “*Schwatzen, Blubbern*” [16, с. 100]), просматриваемые у П. Целана, указывают на использование традиций более близкой немцам экспрессионистской лирики [9], чем П. Целан апеллирует к эпохе создания есенинского стихотворения.

Именно поэтому Г.М. Энценсбергер выбирает для перевода и поэму «Кобыльи корабли», которая звучит

с немецкой точки зрения как экспрессионистская поэма, с русской – как футуристическая. И П. Целан справляется со своей задачей блестяще. Эта поэма, менее популярная в России, чем в Германии, привлекает немецких поэтов своими экспериментальными поисками. Перевод еще более модернизирует стих С. Есенина, придавая ему авангардистскую атональность: П. Целан предпочитает цепочки существительных в одном падеже вместо различных падежных согласований у С. Есенина («Черные паруса воронов» – “*schwarze Segel, Raben*”; «из пургового кашля-сморда» – “*Schneegekeuch und Schneepest, When*”; «голова моей желтый лист» – “*gelbes Blatt – mein Haupt*”; «сгложет рощи октябрьский ветер» – “*Wind, Oktober, stutzt hier Ast um Ast*”), обособления («или снится мне сон веселый» – “*sollt’s ein Traum sein, hell und heiter*”), неологизмы-субстантивации («пел я песнь о чудесной гостье» – “*von der Fremd- und Wunderbaren*” [16, с. 505]). Эти новшества сглаживаются 4-стопным ямбом вместо 3-стопного амфибрахия у С. Есенина.

При переводе стихотворения «Нивы сжаты» сохранен 4-стопный хорей, но наблюдается дробление строк и строф (в первой строфе вместо двух эллиптических предложений у С. Есенина у П. Целана их появляется пять) с многочисленными анжамбеманами. Опущение глаголов, преобладание номинативности, использование повторов, инверсий – “*keine Halme mehr, kein Blatt*”; “*hat geträumt und folgt den Träumen*”; “*nicht mehr lange, lang nicht mehr*”; “*Mond, das Füllen, Mond, der Fuchs*” [16, с. 106] – не нарушает напевности, но способствует созданию дескриптивного списка, характерного для осенних немецких песен. «Приглушает» есенинский звонкий стих и замена преобладающего в первой строфе «о» на «а» у П. Целана, «д» во второй строфе и «ж» в третьей строфе оригинала на «т» и «ш» в соответствующих строфах перевода.

В переводе П. Целана в антологии представлены и четыре стихотворения О. Мандельштама. В рифмованных стихотворениях П. Целан старается сохранять заданный размер и рифмы, это удается ему за счет замены глаголов существительными, а разных падежей – именительным, что создает в стихотворении ряды однородных членов, усиливая аккумуляцию («Нельзя дышать, и твердь кишит червями» – “*Kein Atmen mehr. Das Firmament – voll Maden*” [16, с. 28]. Он часто использует обособленные прилагательные и причастия: «Вокзала шар стеклянный. / Железный мир опять заморожен». – “*Die Bahnhofskugel, gläsern. / Die Eisenwelt – verzaubert, abermals*” [16, с. 29], а также композиты: «огромный парк» – “*Der Riesenspark*”; «элизиум туманный» – “*Nebel-Eden*”; «звучный пир» – “*Klang-Gelage*” [16, с. 29], меняет последовательность строк: «Ночного хора дикое начало / И запах роз в гниющих парниках» – “*Der Duft der Rosen in den Moder-Beeten; / der Chor der Nacht, der anhebt, wild*” [16, с. 29] в «Концерте на вокзале».

Чтобы выдержать 6-стопный ямб в «Бессоннице», П. Целан использует несуществующие в оригинале повторы, придающие его переводу характер заклинания, что характерно для модернистской поэзии: «Я список кораблей прочел до половины» – “*Ich las im Schiffsverzeichnis, ich las, ich kam nicht weit*”; «Куда плывете вы? Когда бы не Елена» – “*ihr schwebt, ihr*

*schwimmt – wohin? Wär Helena nicht drüben*» [16, с. 222]. В «1 января 1924» П. Целан усиливает эмфатическое высказывание за счет семикратного повтора междометия «О» (вместо двукратного в оригинале), дополнительных трех вопросительных знаков, повторов существительного вместо формы множественного числа, обособлений, замены положительной степени прилагательного превосходной («Какая боль – искать потерянное слово, / Больные веки поднимать / И, с извостью в крови, для племени чужого / Ночные травы собирать» – *“O Schmerz? O das verlorene Wort zu suchen, / O Lid und Lid zu heben, krank und schwach, / Geschlechtern, fremdesten, mit Kalk in deinem Blute / das Gras zu pflücken und das Kraut der Nacht!”* – [16, с. 659]; «Присягу чудную четвертому сословью / И клятвы крупные до слез?» – *“O Eid, den ich den vierten Stand geschworen! / O mein Gelöbniß, tränenschwer!”* [16, с. 663]. В стихотворении «Нашедший подкову», переводя мандельштамовские верлибры, П. Целан дает себе свободу дробить строку, выделяя смысловесущие образы, удлиняя стихотворение на полстраницы [16, с. 624].

Положительный момент хрестоматии Г.М. Энценсбергера состоит в том, что он не довольствуется только переводами. Им сопоставлены тексты оригинала и их переводы. Знатоку языков нет необходимости пользоваться переводами. Поэтому книга включает стихотворения, написанные на 16 языках.

Судя по выбранным произведениям, Г.М. Энценсбергер отмечает преемственность русской поэзии от А. Блока к С. Есенину, от С. Есенина к В. Маяковскому, от А. Пушкина и В. Маяковского к Б. Пастернаку, споря с традицией противопоставлять авангард классике; в то же время он приветствует «новые поэтические технологии», которые, в свою очередь, впоследствии были канонизированы и стали традицией [16]. В комментариях к стихотворениям Г.М. Энценсбергер сообщает краткие биографические сведения, подчеркивая социальную позицию авторов, их принадлежность к определенным литературным течениям, открытость миру, выразившуюся, в частности, в путешествиях по Европе и Америке, и их трагическую смерть как закономерное завершение вызывающе смелого творчества, не до конца изученного и осмысленного в том будущем, о котором они грезили.

В послесловии к «Музею» Г.М. Энценсбергер отмечает, что «процесс современной поэзии ведет к возникновению всеобщего поэтического мирового языка» (не об этом ли мечтал В. Хлебников!), национальные языки являются «диалектами всеобщего языка поэзии» [16, с. 773]. Говоря о критериях отбора, Г.М. Энценсбергер подчеркивает: «Для того чтобы показать всеобщий язык поэзии, следует подчинить музей законам хрестоматии, в центре внимания которой находятся характерные стихи, показательные не сами по себе, а представляющие эпоху» [16, с. 780]. Выбранные произведения русских поэтов соответствуют и требованию Г.М. Энценсбергера того, что «в наше время каждое значительное поэтическое произведение должно преломлять и поглощать огромное излучение традиций» [16, с. 769].

И конечно, и В. Маяковский, и В. Хлебников, и другие поэты внесли свой вклад в разработку поэтики современной поэзии, которая, по Г.М. Энценсбергеру, включает в себя «монтаж, многозначность, нарушение

и изменение функций рифмы, диссонансы и абсурдность, диалектику редупликации и редукции, отчуждение и математизацию, технику длинного стиха, нерегулярные ритмы, намеки и затемнение смысла, смену интонации, обнаружение новых метафорических механизмов, использование новых синтаксических приемов» [16, с. 770].

В параграфе «Поэт как технолог» Г.М. Энценсбергер особо выделяет В. Маяковского: «Вл. Маяковский в статье «Как писать стихи» методически анализирует поэтическую продукцию с помощью понятий из промышленной сферы: он различает поэтическое сырье, полуфабрикаты и готовые фабрикатy. Технологический характер современной поэтики выражается в работах ее основоположников точнее, чем технические и научные понятия, которые прижились в литературной критике (монтаж, словесная лаборатория, эксперимент, констелляция, структурный элемент)» [16, с. 776].

Однако «связь между поэзией и технической цивилизацией не следует понимать однозначно. С самого начала своего существования поэзия стремилась уйти из-под власти рынка. Стихотворение, безусловно, анти-товар. Самые ангажированные "готовые фабрикатy" В. Маяковского, которые противятся манипуляции стать "чистой поэзией", являются анти-товаром так же, как свободно парящие тексты Арпа и Элюара – примеры ангажированной поэзии уже потому, что они являются поэтическими текстами» [16, с. 777].

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На примере немецких переводов поэзии русских авторов начала XX в. установлено, что перевод, являясь «диалектом всеобщего языка поэзии», служит взаимодействию и взаимообогащению русской и немецкой культур. Перевод, даже демонстрирующий просчеты и потери, создает свой вариант восприятия и интерпретации иноязычной поэзии (в нашем случае переводы К. Дедедиуса и др.), адаптируя ее для восприятия носителями другой культуры, делая его понятнее, доступнее, роднее. Перевод как сотворчество (переводы П. Целана) не только сближает поэтики начала XX в. (русский авангард и немецкий экспрессионизм), но и показывает их сходство, сближения, пересечения. Переводы П. Целана стали не только идиолектом, или неповторимым «диалектом всеобщего языка поэзии», но и внесли соизмеримый с оригиналами вклад в сокровищницу мировой поэзии, познакомив представителей немецкоязычного пространства с огромными открытиями и завоеваниями российской культуры не только классического XIX, но и авангардного XX в. В. Хлебников, В. Маяковский, Б. Пастернак, О. Мандельштам, С. Есенин – поэты, творчество которых после французских «проклятых поэтов» формировало поэтику и поэзию всего XX в.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Начатая в 2004 г. работа по изучению особенностей художественного перевода [3], перевода классической поэзии П. Целаном [17], а также мировой поэзии в «Музее современной поэзии» Г.М. Энценсбергера [20] позволила нам логически подойти к изучению проблемы художественности переводов русских поэтов начала XX в. в антологии Г.М. Энценсбергера, выполненных



рядом немецких поэтов-переводчиков. Данное исследование открывает пути для дальнейшего исследования переводов русской и немецкой поэзии XX в., представив модель структурно-семантического подхода к анализу стихотворений. Это исследование предоставляет возможность для внедрения полученных результатов в рамках изучения взаимодействия немецкой и русской поэзии в проектах ИМЛИ РАН и проекта Трирского университета (ФРГ) 2013–2018 гг., в которых автор принимает активное участие.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Нелюбин Л.Л. Толковый переводоведческий словарь. 3-е изд. М.: Флинта, 2003. 318 с.
2. Казакова Т.А. Художественный перевод. Теория и практика. СПб.: Инязиздат, 2006. 544 с.
3. Андреюшкина Т.Н. Перевод как открытие своего в другой культуре (сонеты Петрарки и Гете в творчестве О. Пастиора и Ф.Й. Чернина) // Теория и практика германских и романских языков: Материалы VI Всерос. науч.-практ. конф. Ульяновск: УГУ, 2005. С. 110–115.
4. Руднев В. Энциклопедический словарь культуры XX века. Ключевые понятия и тексты. М.: АГРАФ, 2003. 608 с.
5. Hawthorn J. Grundbegriffe moderner Literaturtheorie. Tübingen; Basel: Francke, 1994. 384 S.
6. Schmitz-Emans M. Die Sprache der modernen Dichtung. München: Fink, 1997. 287 S.
7. Лотман Ю.М. О поэтах и поэзии. СПб.: Искусство-СПБ, 2001. 846 с.
8. Успенский Б.А. Поэтика композиции. СПб.: Азбука, 2000. 352 с.
9. Andreotti M. Die Struktur der modernen Literatur. 3. Aufl. Bern; Stuttgart; Wien: Haupt, 2000. 440 S.
10. Тынянов Ю.Н. О Хлебникове // Тынянов Ю.Н. Литературная эволюция. Избранные труды. М.: АГРАФ, 2002. С. 363–376.
11. Крусанов А.В. Русский авангард: 1907–1932. В 3 т. Т. 1. СПб.: НЛЮ, 2010. 290 с.
12. Бирюков С. Амплитуда авангарда. М.: Совпадение, 2014. 400 с.
13. Гервер Л. Музыкально-поэтические открытия Велимира Хлебникова // Советская музыка. 1987. № 9. С. 100–110.
14. Федоров А.В. Основы общей теории перевода (филологические проблемы). М.: ИНФРА-М, 2003. 415 с.
15. Koller W. Einführung in die Übersetzungswissenschaft. 6. Aufl. Wiebelsheim: Quelle&Meyer, 2001. 343 S.
16. Enzensberger H.M. Museum der modernen Poesie. Frankfurt a. M.: Suhrkamp, 2002. 867 S.
17. Андреюшкина Т.Н., Чумакова Н.Л. Проблема художественности перевода (перевод шекспировских сонетов П. Целаном) // Наука – производству. 2005. № 5. С. 59–61.
18. Никифоров В.Н. Пауль Целан // История австрийской литературы XX века. В 2 т. Т. 2. 1945–2000. М.: ИМЛИ РАН, 2010. С. 215–234.
19. Stahl H. Übersetzung als Dialog: Paul Celans Gedicht “Mandorla” n russischen und polnischen Übersetzungen // Gedichte schreiben n Zeiten der Umbrüche: Tendenzen der Lyrik seit 1989 in Russland und Deutschland. Leipzig: Biblion, 2016. S. 577–610.
20. Андреюшкина Т.Н. Характеристика мировой поэзии первой половины XX века в «Музее современной поэзии» Г.М. Энциенсбергера // Балтийский филологический курьер. 2004. № 4. С. 383–395.

#### REFERENCES

1. Nelyubin L.L. *Tolkoviy perevodovedcheskiy slovar'* [Explanatory dictionary]. 3rd ed. Moscow, Flinta Publ., 2003. 318 p.
2. Kazakova T.A. *Khudozhestvenniy perevod. Teoriya i praktika* [The artistic translation. Theory and practice]. Sankt Petersburg, Inyazizdat Publ., 2006. 544 p.
3. Andreyushkina T.N. Translation as discover of yourself in the other culture (sonnets of Petrarch and Goethe in the works of O. Pastior and F.Y. Chernin). *Materialy VI Vseros. nauch.-prakt. konf. "Teoriya i praktika germanskikh i romanskikh yazykov"*. Ulyanovsk, UGU Publ., p. 110–115.
4. Rudnev V. *Entsiklopedicheskiy slovar' kultury XX veka. Kluchevye ponyatiya i teksty* [Encyclopaedia of culture of the twentieth century. Key concepts and texts]. Moscow, AGRAF Publ., 2003. 608 p.
5. Hawthorn J. *Grundbegriffe moderner Literaturtheorie*. Tübingen; Basel, Francke, 1994. 384 S.
6. Schmitz-Emans M. *Die Sprache der modernen Dichtung*. München, Fink, 1997. 287 S.
7. Lotman Yu.M. *O poetakh i poezii* [About poets and poetry]. Sankt Petersburg, Iskusstvo-SPB Publ., 2001. 846 p.
8. Uspensky B.A. *Poetika kompozitsii* [Poetics of composition]. Sankt Petersburg, Azbuka Publ., 2000. 352 p.
9. Andreotti M. *Die Struktur der modernen Literatur*. 3. Aufl. Bern; Stuttgart; Wien, Haupt, 2000. 440 S.
10. Tynyanov Yu.N. About Khlebnikov. *Literaturnaya evolyutsiya. Izbrannye trudy*. Moscow, AGRAF Publ., 2002, pp. 363–376.
11. Krusanov A.V. *Russkiy avangard: 1907–1932* [Russian avant-garde: 1907–1932]. Sankt Petersburg, NLO Publ., 2010. Vol. 1, 290 p.
12. Biryukov S. *Amplituda avangarda* [Amplitude of the avant-garde]. Moscow, Sovpadenie Publ., 2014. 400 p.
13. Gerver L. Musical-poetical discovers of Velimir Khlebnikov. *Sovetskaya muzyka*, 1987, no. 9, pp. 100–110.
14. Fedorov A.V. *Osnovy obshchey teorii perevoda (filologicheskie problemy)* [Fundamentals of the general theory of translation (philological problems)]. Moscow, INFRA-M Publ., 2003. 415 p.
15. Koller W. *Einführung in die Übersetzungswissenschaft*. 6. Aufl. Wiebelsheim, Quelle&Meyer, 2001. 343 S.
16. Enzensberger H.M. *Museum der modernen Poesie*. Frankfurt a. M., Suhrkamp, 2002. 867 S.
17. Andreyushkina T.N., Chumakova N.L. The problem of artistic translation (translation of Shakespeare's sonnets by P. Celan). *Nauka – proizvodstvu*, 2005, no. 5, pp. 59–61.
18. Nikiforov V.N. Paul Celan. *Istoriya avstriyskoy kultury XX veka*. Moscow, IMLI RAN Publ., 2010, vol. 2, pp. 215–234.
19. Stahl H. Übersetzung als Dialog: Paul Celans Gedicht “Mandorla” n russischen und polnischen Übersetzungen. *Gedichte schreiben n Zeiten der Umbrüche: Tendenzen der Lyrik seit 1989 in Russland und Deutschland*. Leipzig, Biblion, 2016, S. 577–610.

20. Andreyushkina T.N. Characteristics of world poetry of the first half of the twentieth century in the “Museum of Modern Poetry” G.M. Enzensberger. *Baltiyskiy filologicheskiy kuryer*, 2004, no. 4, pp. 383–395.

**TRANSLATING AS “DIALECT OF WORLD-WIDE LANGUAGE OF POETRY”:  
RUSSIAN POETRY IN H.M. ENZENSBERGER’S “MUSEUM DER MODERNEN POESIE” (1960/2002)**

© 2017

*T.N. Andreiushkina*, Doctor of Sciences (Philology),  
Associate Professor, professor of Chair “Theory and Practice of Translation”  
*Togliatti State University, Togliatti (Russia)*

*Keywords:* modernism; poetry of Avant-garde; poetical translation; Pasternak, Khlebnikov; Mayakovski; Mandelstam; Esenin.

*Abstract:* “Museum der modernen Poesie”, published in 1960 and republished in 1979 and 2002 by the modern renowned German poet Hans Magnus Enzensberger, includes translations of five great poets of Russian Avant-garde period and modernism: Velimir Khlebnikov, Boris Pasternak, Osip Mandelstam, Vladimir Mayakovski and Sergey Esenin, who have said a new word in the poetry, have developed progressive ideas and mirrored the creative sense of the epoch. It was necessary for H.M. Enzensberger to choose for his “Museum” poets and poems that have played an important role in the development of the world-poetry of the 20th century. This paper implies to show on the ground of influence between German and Russian cultures that only the joint creation of both – author and translator – can help to create the translation equivalent to epoch and to author’s stile. The poems of the Russian poets in the anthology of H.M. Enzensberger are translated by Alexander Koval, Karl Dedecius, Alfred-Edgar Toß, Christel Pesch, Paul Celan. All of them have some losses and virtues in their versions. Nevertheless, they have created their own variation of original as “dialect of world-wide poetical language” (H.M. Enzensberger). On the background of the translations of Coval, Toß and Pesch stand out the translations of Paul Celan, a great German poet, who has created the congenial translations of the works of S. Esenin and O. Mandelstam. They discover creative, high poetical, innovative approach to the metre like the original. Furthermore P. Celan used in his translations innovatory methods, which were specific for his own works and for the Avant-garde poetry of the 20th century: anagrammatical structures, over-naming, inversion, inclusion, subdivision, displacement, atonality, an ascent to “word-seeds” (V. Khlebnikov), paronyms, palindromes, “deautomation” (Yu. Tynyanov), “sense-words” (S. Biryukov).

**АНТИАЛКОГОЛЬНАЯ ПОЛИТИКА В СОВРЕМЕННОЙ РОССИИ:  
ПРЕВЕНЦИЯ ИЛИ РЕСТРИКЦИЯ?**

© 2017

**Ю.Ю. Белова**, кандидат социологических наук, доцент кафедры социальных наук и технологий,  
докторант кафедры социологии

*Поволжский государственный технологический университет, Йошкар-Ола (Россия)*

*Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарёва, Саранск (Россия)*

**Ключевые слова:** алкоголизация населения; пьянство; алкоголизм; антиалкогольная политика; ограничительно-запретительные меры; рестриктивная политика.

**Аннотация:** В современном российском обществе не утихают дискуссии о развернувшейся в последнее десятилетие борьбе с алкогольной угрозой. В частности, критике подвергается рестриктивный характер антиалкогольных законодательных мер. В качестве альтернативы предлагаются мягкие способы противодействия алкоголизации общества, например профилактика. В то же время рестриктивная политика государства активно совершенствуется, ее изменения поддерживаются большинством населения, а результаты в целом положительно оцениваются научным сообществом. Напротив, стратегия социальной превенции осталась без внимания как на уровне государственной политики, так и на уровне социальных институтов, а ее бессилие становится все более очевидным фактом. Цель статьи – на примере содержания профилактических программ университетов продемонстрировать состояние системы алкогольной превенции в России и оценить его относительно нынешнего состояния рестриктивной антиалкогольной политики. В связи с этим статья представляет собой критический обзор стратегий современной антиалкогольной политики в России. Особое внимание уделено функционированию системы социальной превенции алкоголизации населения в контексте реализации мер социальной рестрикции. Выявлены глубокие проблемы и противоречия как в сфере организации профилактики, так и в сфере подготовки кадров превентологического профиля. Показано, что Россия еще не готова переключиться на превентивную модель преодоления пьянства. Сделан вывод, что требуется не только срочное активное социальное вмешательство в сложившуюся систему профилактики алкоголизации населения, но и существенный пересмотр, модернизация, а также разработка и применение инновационных форм профилактической деятельности. Использование потенциала общественных организаций и общественно-профессиональный контроль внедрения превентивных технологий – еще один способ улучшения ситуации.

**ВВЕДЕНИЕ**

Сегодня отношение россиян к пьянству столь же негативно, как и к проявлениям, например, экстремизма и коррупции. Для 78 % граждан пьянство и алкоголизм не поддаются оправданию [1]. Многие считают, что уровень алкоголизации в нашей стране – один из самых высоких в мире [2], а если люди и заботятся о здоровье, то в большинстве случаев это проявляется в отказе от употребления алкоголя и табака [3]. Таким образом, общество пока еще способно к самосохранению и даже не растратило чувство патриотизма, которое не продается за бутылку водки. Это подтверждается положительным отношением большинства граждан (79 %) к ограничению импорта алкоголя из стран Запада в ответ на санкции [4].

Стремление к здоровьесбережению нации и негативное отношение к пьянству и алкоголизму выражаются также в активной поддержке рестриктивного антиалкогольного политического курса государства. За последнее десятилетие его реформирования, несмотря на дискуссионный оттенок некоторых мер, сформировалось устойчивое общественное мнение о необходимости решительных шагов в направлении предотвращения алкоголизации общества. Так, до 95 % населения в 2011 г. выразили поддержку в отношении тех или иных антиалкогольных мер [5]. Положительный настрой преобладает даже по поводу возвращения государственной монополии на продажу алкоголя (58 % россиян в 2014 г.) [6].

За редким исключением [7; 8], измерение общественного мнения по поводу наиболее резонансных пра-

вовых норм, внедренных в законотворческий процесс в период с 2006 по 2017 г. (особенно за последние пять лет), обнаруживает весьма решительную позицию граждан по отношению к ужесточению антиалкогольного законодательства. Более того, 50 % россиян считают недостаточными существующие ограничения на продажу алкоголя для снижения уровня алкоголизации населения [9]. Академические исследования также показывают, что «молодежь готова поддержать самые радикальные и непопулярные меры, препятствующие распространению пьянства и алкоголизма» [10, с. 73]. Наряду с этим, некоторые социологи и экономисты возлагают большие надежды на современную антиалкогольную политику, которая, в отличие от предыдущей, по их мнению, более мягкая, продолжительная и последовательная [11, с. 112]. А.С. Скоробогатовым выявлено [12, с. 84], что введение ограничительной политики в отношении ночной продажи алкоголя для основной массы населения снизило потребление как самогона, так и другого крепкого алкоголя. По его мнению, эта мера эффективна в отношении не только преодоления пьянства, но и нормативного потребления крепкого алкоголя в обществе, особенно в условиях массового несоблюдения законов.

В то же время в средствах массовой информации ограничительно-запретительный подход подвергается агрессивной критике. Последним резонансным примером стала острая реакция СМИ на меру, связанную с ограничением продажи алкоголя в выходные дни, предложенную министерством здравоохранения РФ. Как отме-

тил Г.Г. Онищенко, «то, как это предложение в течение целого дня преподносят некоторые государственные СМИ... с каким отношением и с каким подтекстом, – это никуда не годится. Хотел бы напомнить этим СМИ, что они обслуживают не интересы алкогольной мафии, а интересы государства... <...> Появляются различные вбросы на алкогольную и табачную тему. Все вроде бы разумные предложения так и не доводятся до конца» [13].

Альтернативой мерам рестриктивной политики в отношении алкоголя традиционно считается мягкая модель социальной превенции. Однако мировое сообщество озабочено необходимостью разумного сочетания этих компонентов на уровне государственной политики. Налаживание компромисса между превентивной и рестриктивной моделями противодействия алкоголизации населения – вектор современных мировых социально-политических преобразований.

Рассмотрим, в каком состоянии находится система социальной профилактики алкоголизации населения в России и может ли она составить конкуренцию существующей системе рестриктивных мер. Такая постановка вопроса небезосновательна, поскольку организация социальной профилактики сегодня признана приоритетным направлением государственной политики, что указано в ряде нормативно-правовых актов [14–17].

Цель работы – на примере содержания профилактических программ университетов продемонстрировать состояние системы алкогольной превенции в России и оценить его относительно нынешнего состояния рестриктивной антиалкогольной политики.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Основной особенностью провозглашенной профилактики является ее связь с системой здравоохранения и ориентация на реализацию в составе лечебно-профилактической помощи [18]. Другой специфической чертой государственной системы алкогольной превенции стала ее включенность в контекст общей антинаркотической деятельности, имеющей силовую направленность. Третья особенность состоит в размытости механизмов ее практического воплощения, многозначности интерпретации ее мер, заложенных в правовых документах.

Субъектами государственной системы профилактики алкоголизации населения, за которыми нормативно закреплены соответствующие функции, являются органы молодежной политики, антинаркотические комиссии, комиссии по делам несовершеннолетних и защите их прав, организации здравоохранения, образования, силовые ведомства, кризисные центры, центры социально-психологической помощи и т. д. Судебные органы и система исполнения наказаний выполняют профилактические функции в глобальной перспективе, в масштабах всего государства, предотвращая проявление противоправных поступков, вызванных алкогольным опьянением. Деятельность общественных, религиозных, досуговых (клубы по интересам, спортивные секции, кружки и т. п.) организаций как субъектов профилактики отдельно не оговаривается и имеет добровольческий характер. Для них профилактика является одной из важнейших функций, но за ними не закреплен статус официальных субъектов профилактики.

До недавнего времени система образования также была исключена из нормативного регулирования процесса профилактики алкоголизации населения. Только лишь с принятием в 2011 г. «Концепции профилактики употребления психоактивных веществ в образовательной среде» [19] и введением в действие нового Федерального закона от 29.12.2012 № 273-ФЗ «Об образовании в Российской Федерации» любые учебные заведения стали обязываться нести ответственность за жизнь и здоровье обучающихся во время образовательно-воспитательного процесса. В пункте 7 статьи 41 «Охрана здоровья обучающихся» прописана необходимость «профилактики и запрещения курения, употребления алкогольных, слабоалкогольных напитков, пива, наркотических средств и психотропных веществ, их прекурсоров и аналогов и других одурманивающих веществ» [20]. Таким образом, образовательные учреждения, в соответствии с законом, должны проводить комплексную антиалкогольную профилактику. Кроме того, такого подхода требует и «Концепция реализации государственной политики по снижению масштабов злоупотребления алкогольной продукцией и профилактике алкоголизма среди населения Российской Федерации на период до 2020 года», в которой указано на необходимость «включения в основные и дополнительные общеобразовательные программы тематических вопросов по профилактике употребления алкогольной продукции среди обучающихся, воспитанников образовательных учреждений» [15]. «Стратегия государственной антинаркотической политики Российской Федерации до 2020 года» также уделяет внимание профилактической работе с молодежью: в ней указывается на необходимость «включения в основные и дополнительные образовательные программы общеобразовательных учреждений и учреждений профессионального образования разделов по профилактике злоупотребления психоактивными веществами, а также программ, направленных на соответствующие целевые аудитории» [21].

Несмотря на указанные меры, ведомственный подход к профилактике алкоголизации населения до сих пор преобладает и отличается стремлением государства расширить сеть организаций, занимающихся превентивной деятельностью, вместо того чтобы наладить взаимодействие между уже существующими. Нужно также сказать, что силовая модель превентивной деятельности, наряду с медицинской, уже прочно укоренилась в российской действительности. В частности, в 2003 г. был учрежден Государственный комитет Российской Федерации по контролю за оборотом наркотических средств и психотропных веществ, который впоследствии был реорганизован в Федеральную службу по контролю за оборотом наркотиков. Затем, в 2008 г., возникла необходимость создания Государственного антинаркотического комитета. Удивляет, что к профилактике подключился и совсем чуждый этой деятельности субъект, сокращенно именуемый «Росалкогольрегулирование» [22].

В то же время социальной превенции потребления алкоголя стало значительно меньше уделяться внимания там, где она действительно востребована – в трудовых коллективах, образовательных организациях, системе социальной защиты населения, центрах досуговой деятельности молодежи. Произошло переключение обра-

звательных организаций с реализации воспитательных функций на разработку всевозможной документации, обеспечивающей бюрократический каркас образовательной деятельности. Необходимость реализации «спущенных сверху» мероприятий и планов превратило школы и университеты в бездушные машины по «растановке галочек» в отчетах Министерства образования и науки РФ. Служба в армии сократилась до одного года, а вместе с этим снизился ее профилактический потенциал. Кроме того, утрачены и ценностно-нормативные регуляторы общественного поведения. Сегодня уже неактуально говорить о влиянии сверстников на вовлечение подростков в употребление алкоголя, поскольку все большее воздействие на процесс выбора ими образа жизни оказывает пользование социальными сетями и мобильными приложениями, контент которых практически не контролируется государством и обществом. Эта проблема «пущена на самотек» и в семье, поскольку семья в процессе своей трансформации в целом утратила статус превентивной ячейки. Более того, во многих случаях отмечается несостоятельность и в какой-то степени негативная роль семьи в профилактике алкоголизации подростков, когда даже при осведомленности об употреблении алкоголя ребенком родители не предпринимают попыток к исправлению ситуации, либо их усилия оказываются явно недостаточными (до такой степени, что подросток совершает общественно опасные деяния) [23]. Быстро меняющаяся действительность выдвигает новые требования и к компетенциям специалистов-превентологов, которые работают с детьми, подростками, молодежью и с их семьями.

В свою очередь, существенными недостатками системы государственной подготовки и переподготовки кадров превентологического профиля являются отсутствие специализированных учебно-методических разработок, прошедших общественно-профессиональную экспертизу, разобщенность представлений организаторов образовательных программ об эталоне превентивной деятельности, плюрализация взглядов научно-педагогических работников на формы и методы профилактики алкоголизации населения, на ее необходимость вообще, а также отсутствие у самих преподавателей опыта профилактической деятельности и соответствующего образования (в том числе в форме повышения квалификации). Многие программы не имеют диалектически связанного материала, разнородны по своему составу.

Серьезной проблемой является обособленность ведомств, функционально связанных с профилактикой алкоголизации населения, от образовательных организаций, которые ведут подготовку, переподготовку кадров и повышение квалификации в этой сфере. Экономия финансовых средств не позволяет им направлять на обучение уже имеющихся сотрудников, а консервативные порядки лишают возможности принимать на работу новых, уже обученных сотрудников.

Помимо деятельности, связанной с непосредственным обучением принципам профилактической деятельности будущих специалистов-превентологов, система образования, как было сказано выше, призвана на всех уровнях внедрять в воспитательно-образовательный процесс элементы профилактики употребления алкоголя обучающимися. Для этого, как правило, в соответ-

ствующих организациях разрабатываются и утверждаются программы профилактики употребления психоактивных веществ, включающие в себя планы работы на ближайшую перспективу с закреплением ответственных по направлениям. Следует отметить, что такая практика свойственна далеко не всем образовательным организациям и в наибольшей степени развита на уровне высшего образования.

В общеобразовательных организациях традиционно профилактикой употребления алкоголя среди обучающихся занимаются заместители директоров по воспитательной работе, классные руководители, социальные педагоги и школьные психологи, в функциональные обязанности и должностные инструкции которых уже включена эта деятельность (поэтому, как правило, не возникает необходимости задействовать административно-командный ресурс).

В вузах чаще утверждаются программы, направленные на пропаганду здорового образа жизни и профилактику социально негативных явлений в студенческой среде, содержащие перечень мероприятий. На примере результатов контент-анализа данных университетских программ ( $N=20$ ) можно увидеть, что наиболее продуманная система антиалкогольной профилактики свойственна прежде всего педагогическим университетам. Однако зачастую привлекательный каркас превентивных программ не является оригинальным по своему содержанию, наполнен вполне традиционными, «набившими оскомину» практиками. Например, в названии, целях, задачах программы заявлена реализация инновационных образовательных технологий, а перечень мероприятий исчерпывается такими примерами, как: «Провести лекцию о вреде алкоголя», «Распространить брошюры», «Распространить листовки», «Провести конкурс рисунков на антиалкогольную тематику» и т. п.

Следует отметить, что большинству современных профилактических программ не хватает конкретности. В них встречаются обобщающие формулировки, говорящие о важности профилактики девиантного поведения, а предлагаемые меры являются абстрактными, расплывчатыми, не имеющими объективных оснований для реализации. Профилактические мероприятия при этом ограничиваются абстрактной идеей формирования здорового образа жизни через всестороннее развитие («Организация внеучебной деятельности и досуга студентов, направленных на развитие добровольческих инициатив», «Организация и проведение оздоровительных и антинаркотических мероприятий на факультетах и в общежитиях с использованием современных форм обучения», «Психолого-педагогическое сопровождение ключевых структур вуза, образовательного процесса студентов с приоритетом здорового образа жизни», «Организация и проведение мероприятий по обеспечению безопасности студентов в образовательном процессе» и т. п.). Предлагаются занятия физической культурой, прохождение диагностики и медицинских осмотров, которые, по сути, обязательны, независимо от внедрения профилактической деятельности («Сбор сведений о наличии у студентов вуза пристрастия к алкоголю и наркотикам», «Анкетирование студентов с целью выявления знаний о вреде алкоголя», «Участие студентов в городских и областных спортивных

соревнованиях» и т. п.). Иногда предлагаются мероприятия, направленные на обучение «культуре питания» («Организация и проведение акций, направленных на повышение культуры употребления алкогольных напитков»). Проведение подобных акций и лекций связано с высоким риском антипрофилактики, поскольку любое одобрение алкоголепотребления со стороны педагогов дает студентам повод оправдывать свой алкогольный опыт, тем более восприятие меры в потреблении алкоголя индивидуально.

Существование при образовательной организации лечебно-оздоровительного корпуса или спортивного сооружения также не дает оснований считать, что это способствует профилактике алкоголизации среди студентов. В равной степени то же относится и к тренду строительства спортивных объектов с дорогостоящей арендой площадей, когда СДЮСШОРы и спортивные тренеры далеко не всегда имеют финансовую возможность в них проводить занятия.

### ВЫВОДЫ

Перечисленные проблемы и противоречия указывают на необходимость срочного активного социального вмешательства в сложившуюся систему профилактики алкоголизации населения. Можно с уверенностью утверждать, что в современных социальных условиях традиционные подходы малоэффективны. Требуется их существенный пересмотр и модернизация, а также разработка и применение инновационных форм профилактической деятельности. Кроме того, в достаточной степени не используется потенциал многих авторитетных, зарекомендовавших себя общественных организаций, которым сегодня фактически «перекрыт кислород». Общественно-профессиональный контроль внедрения превентивных технологий – еще один способ улучшения ситуации.

Все это и многое другое на современном этапе развития российского общества идентифицирует систему профилактики алкоголизации населения как незрелую и несостоятельную. Она настолько второстепенна, что пока еще не готова конкурировать с рестриктивной политикой государства, которая все же налаживается, поддерживается населением и уже дает свои плоды. Остается надеяться, что эти начинания не будут зарублены на половине пути, современные ограничительные меры продолжат совершенствоваться, а превентивная деятельность получит свое развитие и займет достойное место, став не столько приоритетным, сколько равнозначным компонентом антиалкогольной политики государства.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Что такое хорошо и что такое плохо? // Пресс-выпуск ВЦИОМ. 2017. № 3300. 03 февраля. URL: [wciom.ru/index.php?id=236&uid=116050](http://wciom.ru/index.php?id=236&uid=116050).
2. Об алкоголизме и борьбе с ним. В чем причина пьянства и как с ним бороться? // Пресс-выпуск ФОМ. 2014. 13 мая. URL: [fom.ru/obshchestvo/11492](http://fom.ru/obshchestvo/11492).
3. Правильное питание, спорт и отказ от вредных привычек – три составляющих здорового образа жизни? // Пресс-выпуск ВЦИОМ. 2015. № 2831. 12 мая. URL: [wciom.ru/index.php?id=236&uid=115250](http://wciom.ru/index.php?id=236&uid=115250).
4. Высокие отношения: почему россияне не готовы разлюбить запад // Пресс-выпуск Левада-центра. 2015. 06 октября. URL: [levada.ru/2015/10/06/vysokie-otnosheniya-pochemu-rossiyane-ne-gotovy-razlyubit-zapad/](http://levada.ru/2015/10/06/vysokie-otnosheniya-pochemu-rossiyane-ne-gotovy-razlyubit-zapad/).
5. Поправки в закон об обороте алкоголя: общественная оценка // Пресс-выпуск ВЦИОМ. 2011. № 1849. 26 сентября. URL: [wciom.ru/index.php?id=459&uid=112019](http://wciom.ru/index.php?id=459&uid=112019).
6. Государственная монополия на продажу алкогольных напитков // Пресс-выпуск Левада-центра. 2014. 23 января. URL: [levada.ru/2014/01/23/gosudarstvennaya-monopoliya-na-prodazhu-alkogolnyh-napitkov/](http://levada.ru/2014/01/23/gosudarstvennaya-monopoliya-na-prodazhu-alkogolnyh-napitkov/).
7. Алкогольная тара: не больше пол-литра? // Пресс-выпуск ВЦИОМ. 2014. № 2668. 01 сентября. URL: [wciom.ru/index.php?id=236&uid=114968](http://wciom.ru/index.php?id=236&uid=114968).
8. Пиво в пластике: объем имеет значение? // Пресс-выпуск ВЦИОМ. 2015. № 2867. 30 июня. URL: [wciom.ru/index.php?id=236&uid=115303](http://wciom.ru/index.php?id=236&uid=115303).
9. Об алкоголизме и борьбе с ним. В чем причина пьянства и как с ним бороться? // Пресс-выпуск ФОМ. 2014. 13 мая. URL: [fom.ru/obshchestvo/11492](http://fom.ru/obshchestvo/11492).
10. Жегусов Ю.И. Молодежь Республики Саха (Якутия) и антиалкогольная политика // Теория и практика общественного развития. 2012. № 5. С. 70–74.
11. Радаев В.В., Котельникова З.В. Изменение структуры потребления алкоголя в контексте государственной алкогольной политики в России // Экономическая политика. 2016. Т. 11. № 5. С. 92–117.
12. Скоробогатов А.С. Влияние политики ограничения ночной продажи крепкого алкоголя на потребление и злоупотребление алкоголем в России // Журнал институциональных исследований. 2016. Т. 8. № 3. С. 72–90.
13. Петрова И. Геннадий Онищенко возмущен истерикой вокруг запрета продажи алкоголя в выходные // Федеральное агентство новостей. 2017. 18 июля. URL: [riafan.ru/p/872471](http://riafan.ru/p/872471).
14. Концепция долгосрочного социально-экономического развития Российской Федерации на период до 2020 года, утвержденная Распоряжением Правительства Российской Федерации от 17.11.2008 № 1662-р // Гарант: информационно-правовой портал. URL: [base.garant.ru/194365/](http://base.garant.ru/194365/).
15. Концепция реализации государственной политики по снижению масштабов злоупотребления алкогольной продукцией и профилактике алкоголизма среди населения Российской Федерации на период до 2020 года: приложение к распоряжению Правительства РФ от 30.12.2009 г. № 2128-р // Консультант плюс: справочно-правовая система. URL: [consul-tant.ru/document/cons\\_doc\\_LAW\\_96236/](http://consul-tant.ru/document/cons_doc_LAW_96236/).
16. План мероприятий («дорожной карты») по стабилизации ситуации и развитию конкуренции на алкогольном рынке, утвержденный Распоряжением Правительства РФ от 26.11.2015 № 2413-р // Гарант: информационно-правовой портал. URL: [garant.ru/products/ipo/prime/doc/71163314/](http://garant.ru/products/ipo/prime/doc/71163314/).
17. Об утверждении приоритетных направлений деятельности в сфере оказания общественно полезных услуг: указ Президента РФ от 08.08.2016 № 398 //

- Гарант: информационно-правовой портал. URL: [base.garant.ru/71460782/](http://base.garant.ru/71460782/).
18. Республиканская целевая программа «Снижение потребления алкоголя, профилактика алкоголизма и табакокурения в Республике Марий Эл на 2011–2020 годы», утвержденная Постановлением Правительства Республики Марий Эл от 29 июня 2011 г. № 203 // Гарант: информационно-правовой портал. URL: [base.garant.ru/20720887/](http://base.garant.ru/20720887/).
  19. Концепция профилактики употребления психоактивных веществ в образовательной среде: утв. Министерством образования и науки РФ от 5 сентября 2011 г. // Гарант: информационно-правовой портал. URL: [garant.ru/products/ipo/prime/doc/12090282/#ixzz3J1Izv9J](http://garant.ru/products/ipo/prime/doc/12090282/#ixzz3J1Izv9J).
  20. Об образовании в Российской Федерации: федеральный закон от 29.12.2012 № 273-ФЗ // Консультант плюс: справочно-правовая система. URL: [consultant.ru/document/cons\\_doc\\_LAW\\_166143/?frame=3](http://consultant.ru/document/cons_doc_LAW_166143/?frame=3).
  21. Стратегия государственной антинаркотической политики Российской Федерации до 2020 года // Гарант: информационно-правовой портал. URL: [base.garant.ru/12176340/](http://base.garant.ru/12176340/).
  22. Политика трезвости // Росалкогольрегулирование. URL: [fsrar.ru/policy\\_of\\_sobriety/meropriyatiya-i-akcii/rosalkogolregulirovanie-podarki-detyam](http://fsrar.ru/policy_of_sobriety/meropriyatiya-i-akcii/rosalkogolregulirovanie-podarki-detyam).
  23. Белоусов К.Ю., Кудряков И.О. Потребление алкоголя несовершеннолетними петербуржцами, находящимися в социально опасном положении // Вестник Казанского юридического института МВД России. 2016. № 2. С. 23–27.
- REFERENCES**
1. What is well and what such is bad? *Press-vypusk VTsIOM*, 2017, no. 3300. URL: [wciom.ru/index.php?id=236&uid=116050](http://wciom.ru/index.php?id=236&uid=116050).
  2. About alcoholism and struggle against it. In what the reason of drunkenness and how with it to struggle? *Press-vypusk FOM*, 2014, 13 may. URL: [fom.ru/obshchestvo/11492](http://fom.ru/obshchestvo/11492).
  3. Eutrophy, sports and refusal of bad habits – three making healthy way of life? *Press-vypusk VTsIOM*, 2015, no. 2831, 12 may. URL: [wciom.ru/index.php?id=236&uid=115250](http://wciom.ru/index.php?id=236&uid=115250).
  4. High relations: why Russians are not ready to stop loving the West. *Press-vypusk Levada-tsentra*, 2015. URL: [levada.ru/2015/10/06/vysokie-otnosheniya-pochemu-rossiyane-ne-gotovy-razlyubit-zapad/](http://levada.ru/2015/10/06/vysokie-otnosheniya-pochemu-rossiyane-ne-gotovy-razlyubit-zapad/).
  5. Amendments to the law on an alcohol turn: a public estimation. *Press-vypusk VTsIOM*, 2011, no. 1849. URL: [wciom.ru/index.php?id=459&uid=112019](http://wciom.ru/index.php?id=459&uid=112019).
  6. The State monopoly for sale of alcoholic drinks. *Press-vypusk Levada-tsentra*, 2014. URL: [levada.ru/2014/01/23/gosudarstvennaya-monopoliya-na-prodazhu-alkogolnyh-napitkov/](http://levada.ru/2014/01/23/gosudarstvennaya-monopoliya-na-prodazhu-alkogolnyh-napitkov/).
  7. Alcoholic container: it is no more half-litre? *Press-vypusk VTsIOM*, 2014, no. 2668. URL: [wciom.ru/index.php?id=236&uid=114968](http://wciom.ru/index.php?id=236&uid=114968).
  8. Beer in plastic: the volume matters? *Press-vypusk VTsIOM*, 2015, no. 2867. URL: [wciom.ru/index.php?id=236&uid=115303](http://wciom.ru/index.php?id=236&uid=115303).
  9. About alcoholism and struggle against it. In what the reason of drunkenness and how with it to struggle? *Press-vypusk FOM*, 2014, 13 may. URL: [fom.ru/obshchestvo/11492](http://fom.ru/obshchestvo/11492).
  10. Zhegusov Yu.I. Youth of Sakha Republic (Yakutia) and the antialcoholic policy. *Teoriya i praktika obshchestvennogo razvitiya*, 2012, no. 5, pp. 70–74.
  11. Radaev V.V., Kotelnikova Z.V. Change of structure of consumption of alcohol in a context of the state alcoholic policy in Russia. *Ekonomicheskaya politika*, 2016, vol. 11, no. 5, pp. 92–117.
  12. Skorobogatov A.S. The effect of closing hour restriction on alcohol use and abuse in Russia. *Zhurnal institutsionalnykh issledovaniy*, 2016, vol. 8, no. 3, pp. 72–90.
  13. Petrov I. Gennady Onishchenko is revolted by a hysterics round an interdiction of sale of alcohol in target. *Federalnoe agentstvo novostey*, 2017. URL: [riafan.ru/p/872471](http://riafan.ru/p/872471).
  14. The Concept of long-term social and economic development of the Russian Federation for the period till 2020, confirmed by the Order of the Government of the Russian Federation from 11.17.2008 no. 1662-r. *Garant: informatsionno-pravovoy portal*. URL: [base.garant.ru/194365/](http://base.garant.ru/194365/).
  15. The Concept of realisation of a state policy on decrease in scales of abusing by alcoholic production and preventive maintenance of alcoholism among the population of the Russian Federation for the period till 2020: the appendix to the order of the Government of the Russian Federation from 12.30.2009 no. 2128-r. *Konsultant plyus: spravochno-pravovaya sistema*. URL: [consultant.ru/document/cons\\_doc\\_LAW\\_96236/](http://consultant.ru/document/cons_doc_LAW_96236/).
  16. Plan of measures (“Road map”) on stabilisation of a situation and competition development in the alcoholic market, confirmed by the Order of the Government of the Russian Federation from 11.26.2015 no. 2413-r. *Garant: informatsionno-pravovoy portal*. URL: [garant.ru/products/ipo/prime/doc/71163314/](http://garant.ru/products/ipo/prime/doc/71163314/).
  17. The Decree of the President of the Russian Federation from 08.08.2016 no. 398 “About the statement of priority lines of activity in sphere of rendering of socially useful services”. *Garant: informatsionno-pravovoy portal*. URL: [base.garant.ru/71460782/](http://base.garant.ru/71460782/).
  18. The Republican target program “Decrease in consumption of alcohol, alcoholism and tobacco smoking preventive maintenance in Mary El’s Republic on 2011–2020”, confirmed by the Governmental order of Mary El Republic from June, 29th, 2011 no. 203. *Garant: informatsionno-pravovoy portal*. URL: [base.garant.ru/20720887/](http://base.garant.ru/20720887/).
  19. The Concept of preventive maintenance of the use of psychoactive substances in the educational environment. The Ministry of Education and Science of the Russian Federation from September, 5th, 2011. *Garant: informatsionno-pravovoy portal*. URL: [garant.ru/products/ipo/prime/doc/12090282/#ixzz3J1Izv9J](http://garant.ru/products/ipo/prime/doc/12090282/#ixzz3J1Izv9J).
  20. About education in the Russian Federation: the federal law from 12.29.2012 no. 273-FZ. *Konsultant plyus: spravochno-pravovaya sistema*. URL: [consultant.ru/document/cons\\_doc\\_LAW\\_166143/?frame=3](http://consultant.ru/document/cons_doc_LAW_166143/?frame=3).
  21. Strategy of the state antinarcotic policy of the Russian Federation till 2020. *Garant: informatsionno-pravovoy portal*. URL: [base.garant.ru/12176340/](http://base.garant.ru/12176340/).
  22. The Policy of sobriety. *Rosalkogolregulirovanie*. URL: [fsrar.ru/policy\\_of\\_sobriety/meropriyatiya-i-akcii/rosalkogolregulirovanie-podarki-detyam](http://fsrar.ru/policy_of_sobriety/meropriyatiya-i-akcii/rosalkogolregulirovanie-podarki-detyam).

23. Belousov K.Yu., Kudryakov I.O. Consumption of alcohol the minor Petersburgers who are in socially dangerous position. *Vestnik Kazanskogo yuridicheskogo instituta MVD Rossii*, 2016, no. 2, pp. 23–27.

**ANTI-ALCOHOL POLICY IN CONTEMPORARY RUSSIA:  
PREVENTION OR RESTRICTION?**

© 2017

**Yu.Yu. Belova**, PhD (Sociology), assistant professor of Chair of social sciences and technologies, doctoral candidate of Chair of Sociology  
*Volga State University of Technology, Yoshkar-Ola (Russia)*  
*Ogarev Mordovia State University, Saransk (Russia)*

*Keywords:* alcoholization of population; drunkenness; alcoholism; anti-alcohol policy; restrictive and prohibitive measures; restrictive policy.

*Abstract:* The discussions about the struggle against the alcoholic threat started in recent decades continue in the contemporary Russian society. In particular, the restrictive nature of anti-alcohol legislative measures is criticized. As an alternative, the soft ways of counteraction against the society alcoholization are offered. At the same time, the state's restrictive policy is being actively improved, its changes are supported by the majority of the population, and its results, in general, are estimated positively by the scientific community. On the contrary, the social prevention strategy remains unaddressed both at the state policy level and the social institutions level. Its disability becomes the more and more obvious fact. The goal of the paper is, using the content of the universities' prevention programs, to demonstrate the state of alcoholic prevention system in Russia and evaluate it regarding the current state of restrictive anti-alcohol policy. In this connection, the paper represents the critical review of strategies of current anti-alcohol policy in Russia. Special attention is paid to the functioning of the system of social prevention against the alcoholization of the population in the context of the implementation of the social restriction measures. The author identifies the problems and contradictions both in the sphere of preventive measures organization and in the sphere of vocational training. It is shown that Russia is not ready to switch to the preventive model of drunkenness overcoming. The author makes the conclusion about the necessity both of urgent active social interference in the current system of prevention of the alcoholization of population, and the essential revision, modernization, and the development and application of innovative forms of preventive activity. The use of potential of public organizations and the society-professional control of the preventive technologies introduction is one more way of improvement of the situation.



**«НОВОЕ РЕЛИГИОЗНОЕ СОЗНАНИЕ» КАК СОЦИАЛЬНЫЙ ПРОЕКТ**

© 2017

*А.А. Воеводина*, кандидат исторических наук, доцент кафедры философии и филологии  
Самарский государственный институт культуры, Самара (Россия)

*Ключевые слова:* «новое религиозное сознание»; социальный проект; З.Н. Гиппиус; Д.С. Мережковский; Д.В. Философов.

*Аннотация:* Статья посвящена исследованию концепции представителей движения «нового религиозного сознания» Д.С. Мережковского, З.Н. Гиппиус и Д.В. Философова в контексте истории российской социологии. Под «новым религиозным сознанием» автор понимает религиозно-философское течение в общественной мысли России начала XX века, сторонники которого отстаивали необходимость обновления христианства и духовного возрождения личности и общества. Современные исследователи, признавая необходимость изучения социологической составляющей идейного наследия религиозных философов конца XIX – начала XX века, обращаются к трудам таких мыслителей, как В.С. Соловьев, П.Б. Струве, Н.А. Бердяев, С.Н. Булгаков, С.Л. Франк, Е.Н. Трубецкой. Теории других представителей «нового религиозного сознания» пока остаются за пределами внимания отечественных социологов.

Целью работы является анализ концепции Д.С. Мережковского, З.Н. Гиппиус и Д.В. Философова – представителей радикального крыла движения «нового религиозного сознания» – с позиции их вклада в развитие социологической мысли. Автор предполагает, что, в силу определенных особенностей данной концепции, она может быть рассмотрена как социальный проект. Социальный проект характеризуется наличием определенного образа идеального общественного устройства, а также предусматривает создание социокультурных условий, необходимых для достижения этого идеала. Установлено, что социальный идеал в рамках рассматриваемой концепции включал религиозное и социально-политическое содержание. Проанализированы характерные черты теории Д.С. Мережковского, З.Н. Гиппиус и Д.В. Философова. Автор приходит к выводу о том, что «новое религиозное сознание» как социальный проект отличалось ориентацией на практическое изменение общественных отношений. Результаты исследования показывают, что религиозно-философские проекты начала XX века занимали особое место в истории отечественной социологии.

**ВВЕДЕНИЕ**

Термином «новое религиозное сознание» принято обозначать религиозно-философское течение в общественной мысли России начала XX века, представители которого отстаивали необходимость обновления христианства и духовного возрождения личности и общества. Как отмечает И.В. Воронцова, понятие «новое религиозное сознание» «было воспринято современниками как направление общественной деятельности людей, которых объединил интерес к обновлению церковно-общественных отношений» [1, с. 5]. Для характеристики данного направления применяются также термины «неохристианство», «новый идеализм», «богоискательство», «христианский модернизм» и др. [2–4], подразумевающие крайне разнородное религиозно-общественное движение. При общности основополагающих принципов «нового религиозного сознания» его представители создали оригинальные религиозно-философские концепции, которые могут быть рассмотрены как самостоятельные проекты обновления церкви и общества. В данной работе внимание сосредоточено на идейных исканиях Д.С. Мережковского, З.Н. Гиппиус и Д.В. Философова – создателей целостной теории «нового религиозного сознания», отличавшейся острой общественно-политической направленностью и радикализмом.

Современные исследователи высоко оценивают вклад религиозных философов конца XIX – начала XX века в развитие российской социологии, признают необходимость изучения социологической составляющей их идейного наследия [5–7]. Авторы научных статей и учебных пособий представили в контексте истории социологии

концепции таких религиозных мыслителей, как В.С. Соловьев, П.Б. Струве, Н.А. Бердяев, С.Н. Булгаков, С.Л. Франк, Е.Н. Трубецкой. Теории других представителей «нового религиозного сознания» пока остаются за пределами внимания отечественных социологов.

Цель работы – анализ концепции Д.С. Мережковского, З.Н. Гиппиус и Д.В. Философова – представителей радикального крыла движения «нового религиозного сознания» – с позиции их вклада в развитие социологической мысли. В силу особенностей данной концепции предполагается, что она может быть рассмотрена как социальный проект.

**РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ**

Понятие «социальный проект» в общем смысле определяется как прообраз предполагаемого или возможного социального объекта. Под социальным проектированием понимают научно обоснованные способы конструирования желаемого будущего, которые имеют пространственно-временные и ресурсные границы [8, с. 125–126]. В этом смысле разработка социальных проектов выступает как одна из функций современной социологии, предполагая активную разработку методологии и практики социального проектирования [9, с. 52]. В то же время существует направление, рассматривающее социальное проектирование не как управленческую деятельность, а как создание определенной социокультурной среды [10, с. 75].

Представляется, что понятие «социальный проект» может быть применено при исследовании феномена «нового религиозного сознания» только с позиции социокультурных концепций проектирования. В этом

смысле социальный проект не только предполагает наличие определенного образа идеального общественного устройства, но и предусматривает создание социокультурных условий, необходимых для достижения этого идеала. Это отличает социальный проект от общественного идеала, являющегося важной частью большинства религиозно-философских теорий.

Поскольку конструирование проектов подразумевает сопоставление идеалов с реальностью [11, с. 9], оно всегда опирается на представления о закономерностях развития общества. Идеологи «нового религиозного сознания» считали, что общество развивается путем религиозной эволюции. В представлении Д.С. Мережковского первая ступень этой эволюции – «религия плоти», на второй ступени Бог открывается не только в плоти, но и в духе, а третья ступень будет окончательным синтезом плоти и духа, «исполнением» христианства [12, с. 25–27]. В исследуемой концепции грядущее Царство Третьего Завета рассматривалось как религиозно-общественный идеал, предусматривающий разрешение не только духовных, но и социально-политических противоречий.

Таким образом, с точки зрения представителей «нового религиозного сознания», логика исторического процесса выражалась в движении к определенной цели, т. е. в прогрессе. При этом речь шла о духовных основаниях прогресса. Данный подход принципиально отличался от позитивистской идеи прогресса человеческого разума, которую Д.С. Мережковский в своем позднем произведении охарактеризовал как дерзную подмену Божий промысел [13, с. 24]. Понимая развитие человечества как движение к устройству Царства Божиего на земле, теоретики «нового религиозного сознания» своеобразно воспринимали проблему Божественного Провидения. В частности, в статье «Великий путь» З.Н. Гиппиус писала о том, что направление развития человечества указано Богом, но человечество свободно выбирать, следовать этому «пути» или нет («спастись» или «погибнуть») [14, с. 13]. Для реализации религиозно-общественного идеала оказывалось недостаточно проявления божественной воли.

Необходимым условием достижения Царства Третьего Завета сторонники «нового религиозного сознания» считали социально-политические преобразования, в первую очередь отделение церкви от государства. Авторам исследуемой концепции была чужда позиция православного духовенства, отвергавшего идею активной роли христианства в социальном переустройстве. По мысли Д.В. Философова, Церковь не решается на определение своих отношений с государством в силу «боязни живого, независимого голоса» [18]. Как и любой социальный проект, «новое религиозное сознание» предполагало активные действия участников общественной жизни по созданию условий достижения социального идеала.

По мнению Д.С. Мережковского и его последователей, «исторический» союз христианства и государства выступал признаком упадка современного им общества [15, с. 133–134, 198]. Этот союз принял критические формы в соединении русского самодержавия с православием. Разрушение этой связи, считали авторы исследуемой концепции, было необходимым условием духовного возрождения общества. Идея несовместимости

церкви и государства звучала на заседаниях Религиозно-философских собраний, которые проходили в Петербурге в 1901–1903 гг. и имели целью объединение интеллигенции и духовенства на идейной основе «нового религиозного сознания». Представители интеллигенции отстаивали точку зрения о том, что слияние церковного и государственного начал противоречит духу христианства и мешает решению социальных проблем [16, с. 114–130]. Д.С. Мережковский признавал всякое государство лишь временным средством, а не целью свободного человечества [17, с. 68, 99]. Свободу от государственного насилия сторонники рассматриваемого движения мыслили как обязательное условие реализации религиозно-общественного идеала.

Утверждение о несостоятельности «исторической» церкви в решении задач, стоящих перед обществом, является значимой чертой «нового религиозного сознания». Известно заявление одного из участников Религиозно-философских собраний В.А. Тернавцева об отсутствии у Церкви «религиозно-социального идеала» [16, с. 105]. Это и обусловило, с точки зрения сторонников рассматриваемого движения, необходимость создания «новой церкви», которая должна была не только раскрыть полноту религиозной истины, но и решить наиболее острые проблемы общественной жизни. Таким образом, «новое религиозное сознание», как и любой социальный проект, было призвано разрешить общественные противоречия, что предполагалось сделать на основе идеала «неохристианства».

Авторы рассматриваемой концепции не только размышляли о будущем человечества, строя теоретические конструкции, но и активно пытались провести свои идеи в жизнь. З.Н. Гиппиус писала, что для достижения общественного идеала необходимо не только «единомыслие», но и «единодействие» [19, с. 57]. Общественно-политическая деятельность сторонников исследуемого движения отличалась многообразием. Она выражалась, прежде всего, в пропаганде «нового религиозного сознания» среди представителей интеллигенции. Д.С. Мережковский и З.Н. Гиппиус на протяжении многих лет творческой деятельности сознательно формировали свое окружение, выступали инициаторами и участниками религиозно-общественных организаций. Они считали, что духовное преобразование общества можно подготовить разными путями. В частности, прообразом новых общественных отношений стал «тройственный союз» последователей «неохристианства», история которого описана в дневнике З.Н. Гиппиус «О Бывшем» [20]. Но главным средством достижения социального идеала представители «нового религиозного сознания» считали религиозную революцию, представление о которой сложилось в основном в 1906–1908 гг. в ходе подготовки сборника «Царь и революция» [15].

Д.С. Мережковский писал, что между религией и революцией существует тесная связь [17, с. 36]. Исходя из этого, сторонники «нового религиозного сознания» рассматривали современное им революционное движение как «религиозно-революционное», существовавшее в народной стихии и в среде интеллигенции. По их мнению, религиозное сознание и революционное действие, развивавшиеся порознь, следовало объединить [15, с. 83; 21, с. 108–110]. Осознание интеллигенцией собственной скрытой религиозности авторы

исследуемой концепции считали необходимым условием победы российской революции.

### ВЫВОДЫ

Социальный идеал в рамках проекта «нового религиозного сознания» включал религиозное и социально-политическое содержание, предполагая, с одной стороны, раскрытие тайны Третьего Завета, а с другой – достижение гармонии личного и общественного начал. Реализация свободы человека в обществе была возможна, с точки зрения З.Н. Гиппиус, Д.С. Мережковского и Д.В. Filosofova, лишь на определенной ступени развития духовной культуры. Развитие экономических, социальных, политических институтов, т. е. внешних форм общественной организации, должно было подчиняться духовной эволюции человечества.

Таким образом, «новое религиозное сознание» как социальный проект, хотя и не имело научного обоснования, но было детерминировано нормативно-ценностной системой, востребованной в интеллигентской среде, отличалось ориентацией на практическое изменение общественных отношений. Внимание представителей «нового религиозного сознания» к духовным основам социальной жизни определяет особое место религиозно-философских проектов начала XX века в истории отечественной социологии.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Воронцова И.В. Русская религиозно-философская мысль в начале XX века. М.: ПСТГУ, 2008. 420 с.
- Кувакин В.А. Религиозная философия в России. Начало XX в. М.: Мысль, 1980. 309 с.
- Курабцев В.Л. Новое религиозное сознание // Русская философия. Энциклопедия. Изд. 2-е. М., 2014. С. 424–426.
- Савельев С.Н. Идеи банкротства богоискательства в России в начале XX века. Л.: Изд-во Ленинградского университета, 1987. 184 с.
- Матвеева Н.Ю. Методология социального познания в русской религиозной философии // Социологические исследования. 2004. № 1. С. 61–68.
- Миненков Г.Я. Введение в историю российской социологии. Минск: Экономпресс, 2000. 343 с.
- Развитие социологии в России (с момента зарождения до конца XX века) / под ред. Е.И. Кукушкиной. М.: Высшая школа, 2006. 456 с.
- Левко П.И. Понятие «социальное проектирование» и его взаимосвязь с прогнозом, планом, программой // Право.by. 2011. № 3. С. 125–129.
- Бирюкова М.В. Социальное проектирование как предмет социологического анализа // European Journal of Humanities and Social Sciences. 2016. № 2. С. 52–53.
- Шляпников С.Е. Социальное проектирование как конструирование темпоральности социальных систем // Вестник Томского государственного университета. 2011. № 342. С. 75–76.
- Горюнов А.В. Общественный идеал в когнитивной структуре проекта // Общество: философия, история, культура. 2014. № 2. С. 8–12.
- Мережковский Д.С. Не мир, но меч. К будущей критике христианства. СПб: Изд-во М.В. Пирожкова, 1908. 208 с.
- Мережковский Д.С. Атлантида – Европа. Тайна запада. М.: Русская книга, 1992. 416 с.
- Гиппиус З.Н. Великий путь // Голос жизни. 1914. № 7. С. 13–17.
- Мережковский Д.С., Гиппиус З.Н., Filosofov Д.В. Царь и революция. М.: ОГИ, 1999. 219 с.
- Записки петербургских Религиозно-философских собраний (1901–1903 гг.). М.: Республика, 2005. 543 с.
- Мережковский Д.С. В тихом омуте. Статьи и исследования разных лет. М.: Советский писатель, 1991. 496 с.
- Filosofov Д.В. Неугасимая лампада: Статьи по церковным и религиозным вопросам. М.: Товарищество И.Д. Сытина, 1912. 204 с.
- Гиппиус З.Н. (Антон Крайний). Литературный дневник (1899–1907). М.: Аграф, 2000. 320 с.
- Гиппиус З.Н. Дневники. В 2 т. Т. 1. М.: НПК Интелвак, 1999. 736 с.
- Мережковский Д.С. Больная Россия. Л.: Изд-во ЛГУ, 1991. 267 с.

### REFERENCES

- Vorontsova I.V. *Russkaya religiozno-filosofskaya mysl' v nachale XX veka* [Russian religious and philosophical thought in the early twentieth century]. Moscow, PSTGU Publ., 2008. 420 p.
- Kuvakin V.A. *Religioznaya filosofiya v Rossii. Nachalo XX veka* [Religious philosophy in Russia. Early 20th century]. Moscow, Mysl' Publ., 1980. 309 p.
- Kurabtsev V.L. New religious consciousness. *Russkaya filosofiya. Entsiklopediya*. 2nd ed. Moscow, 2014, pp. 424–426.
- Savelyev S.N. *Ideynoe bankrotstvo bogoiskatelstva v Rossii v nachale XX veka* [Ideological bankruptcy of God-seeking in Russia at the beginning of the 20th century]. Leningrad, Leningradskiy universitet Publ., 1987. 184 p.
- Matveeva N.Yu. Methodology of social knowledge in Russian religious philosophy. *Sotsiologicheskie issledovaniya*, 2004, no. 1, pp. 61–68.
- Minenkov G.Ya. *Vvedenie v istoriyu rossiyskoy sotsiologii* [Introduction to the history of Russian sociology]. Minsk, Ekonompress Publ., 2000. 343 p.
- Kukushkina E.I., ed. *Razvitie sotsiologii v Rossii (s momenta zarozhdeniya do kontsa XX veka)* [The development of sociology in Russia (from the time of its inception to the end of the twentieth century)]. Moscow, Vysshaya shkola Publ., 2006. 456 p.
- Levko P.I. The concept of “social design” and its relationship with the forecast, plan, program. *Pravo.by*, 2011, no. 3, pp. 125–129.
- Biryukova M.V. Social projection as a subject of sociological analysis. *European Journal of Humanities and Social Sciences*, 2016, no. 2, pp. 52–53.
- Shlyapnikov S.E. Social designing as designing time in social systems. *Vestnik Tomskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2011, no. 342, pp. 75–76.
- Goryunov A.V. Social ideal in the cognitive structure of a project. *Obshchestvo: filosofiya, istoriya, kultura*, 2014, no. 2, pp. 8–12.
- Merezhkovskiy D.S. *Ne mir, no mech. K budushchey kritike khristianstva* [Not the world, but the sword].

- To the future criticism of Christianity]. Sankt Petersburg, Izdatelstvo M.V. Pirozhkova Publ., 1908. 208 p.
13. Merezhkovsky D.S. *Atlantida – Evropa. Tayna zapada* [Mystery of the West: Atlantis–Europe]. Moscow, Russkaya kniga Publ., 1992. 416 p.
  14. Gippius Z.N. The Great way. *Golos zhizni*, 1914, no. 7, pp. 13–17.
  15. Merezhkovsky D.S., Gippius Z.N., Filosofov D.V. *Tsar' i revolyutsiya* [King and Revolution]. Moscow, OGI Publ., 1999. 219 p.
  16. *Zapiski peterburgskikh Religiozno-filosofskikh sobraniy (1901–1903 gg.)* [Notes of St. Petersburg Religious and Philosophical Meetings (1901–1903)]. Moscow, Respublika Publ., 2005. 543 p.
  17. Merezhkovsky D.S. *V tikhom omute. Statyi i issledovaniya raznykh let* [In a quiet whirlpool. Articles and studies of different years]. Moscow, Sovetskiy pisatel' Publ., 1991. 496 p.
  18. Filosofov D.V. *Neugasimaya lampada. Statyi po tserkovnym i religioznym voprosam* [Undying sanctuary lamp. Articles on church and religious affairs]. Moscow, Tovarishchestvo I.D. Sytina Publ., 1912. 204 p.
  19. Gippius Z.N. (Anton Krainiy). *Literaturniy dnevnik (1899–1907)* [Literary diary (1899–1907)]. Moscow, Agraf Publ., 2000. 320 p.
  20. Gippius Z.N. *Dnevniki* [Diaries]. Moscow, NPK Intelvak Publ., 1999. Vol. 1, 736 p.
  21. Merezhkovsky D.S. *Bolnaya Rossiya* [Sick Russia]. Leningrad, Leningradskiy universitet Publ., 1991. 267 p.

#### “NEW RELIGIOUS CONSCIOUSNESS” AS A SOCIAL PROJECT

© 2017

*A.A. Voevodina*, PhD (History), assistant professor of Chair of Philosophy and Philology  
*Samara State Institute of Culture, Samara (Russia)*

*Keywords:* “new religious consciousness”; social project; Zinaida Gippius; Dmitry Merezhkovsky; Dmitry Filosofov.

*Abstract:* The paper researches the concepts of such representatives of the “new religious consciousness” movement as D. Merezhkovsky, Z. Gippius, and D. Filosofov as part of the history of Russian sociology. The “new religious consciousness” is recognized as the religious and philosophical movement in Russia at the beginning of the 20th century, whose adherents advocated the need for renewal of Christianity and spiritual revival of an individual and the society. Contemporary researchers, who recognize the need to study the sociological component of the ideological heritage of religious philosophers of the late XIX – early XX century, turn to the works of such thinkers as V. Soloviev, P. Struve, N. Berdyaev, S. Bulgakov, S. Frank, and E. Trubetskoy. Theories of other representatives of the “new religious consciousness” are not taken into account by the Russian sociologists.

The aim of the work is to analyze the concept of D. Merezhkovsky, Z. Gippius, and D. Filosofov – the representatives of the radical wing of the “new religious consciousness” movement – from the perspective of their contribution to the development of sociological thought. The author suggests that, due to certain features of this concept, it can be viewed as a social project. The social project is characterized by the presence of a certain image of an ideal social order and also provides for the creation of the socio-cultural conditions necessary to achieve this ideal. It is found that the social ideal within the framework of this concept included religious and socio-political content. Characteristic features of Merezhkovsky's, Gippius's and Filosofov's theory are analyzed. The author comes to the conclusion that the “new religious consciousness” as a social project differs in its orientation towards a practical change in social relations. The results of the research show that the religious and philosophical projects of the early 20th century rank high in the history of Russian sociology.

## ОСОБЕННОСТИ САМОСОХРАНИТЕЛЬНОГО ПОВЕДЕНИЯ ЛИЦ, ДОСТИГШИХ ПОЖИЛОГО ВОЗРАСТА: РЕГИОНАЛЬНЫЙ АСПЕКТ

© 2017

*Л.А. Лещенко*, аспирант

*Волгоградский институт управления – филиал РАНХиГС, Волгоград (Россия)*

**Ключевые слова:** лица пожилого возраста; самосохранительное поведение; культура самосохранительного поведения; элементы культуры самосохранительного поведения; старость; социальная геронтология.

**Аннотация:** Вопрос, связанный с сохранением и продлением жизненного долголетия лиц пожилого возраста, достаточно актуален в рамках социологической мысли. Как известно, с переходом российского общества к новой модели рыночных отношений произошла трансформация ценностных ориентаций населения, в рамках которых здоровье начинает рассматриваться индивидами как частная собственность. Сложившиеся в обществе представления не могли не отразиться на здоровье лиц, достигших пожилого возраста, которые в силу возрастных изменений утрачивают свой физиологический потенциал. В социологии изучение вопроса, связанного с сохранением жизненного долголетия индивидов, происходит посредством понятия «самосохранительное поведение».

Цель работы – проведение комплексного анализа, касающегося изучения приверженности лиц пожилого возраста к соблюдению правил «культуры» самосохранительного поведения. Реализация исследовательских задач была достигнута на основе использования метода анкетирования и глубинного интервью, проведенного среди лиц пожилого возраста в г. Волгограде. Согласно результатам проведенного исследования, было установлено, что «культура» самосохранительного поведения предполагает, с одной стороны, соблюдение правил здорового образа жизни (правильное питание, умеренные физические нагрузки и т. д.), а с другой – своевременное обращение в медицинские учреждения. Социальные отношения, осуществляющиеся между врачом и пациентом, являются платформой, на основе которой строится процесс лечения, способствующий поддержанию жизненного долголетия индивида. Как было установлено, традиционная взаимосвязь, существующая между врачом и пациентом (пожилого возраста), полностью или частично утрачена. Результаты исследования также подтвердили, что мужчины, в отличие от женщин, в своей повседневной практике чаще отклоняются от соблюдения правил, свойственных «культуре» самосохранительного поведения.

### ВВЕДЕНИЕ

За последние десятилетия ученые – специалисты в области социологии, демографии констатируют стремительное увеличение численности лиц пожилого возраста (от 60 лет и старше). Так, по прогнозам Всемирной организации здравоохранения, за период с 2015 по 2025 г. доля лиц старше 60 лет увеличится с 12 до 22 % [1]. Возникшая социально-демографическая ситуация оказывает существенное влияние на общественное развитие, в частности на сознание молодого поколения, для которого старость все чаще ассоциируется с немощностью, болезнями. Существующий в обществе стереотип о феномене старости вызван социально-экономическими преобразованиями, произошедшими в российском обществе в конце XX в., в результате которых ценность здоровья теряет свою первоначальную значимость и начинает рассматриваться как частная собственность индивида. В связи с этим вопрос сохранения и продления жизненного долголетия лиц старше 60 лет в рамках социологической мысли является актуальным и связан с анализом понятия «самосохранительное поведение». Проведенный автором статьи комплексный анализ позволил, во-первых, рассмотреть научно-теоретические представления о феномене старости в трудах древних философов, социологов и представителей социальной геронтологии, а во-вторых, изучить сущность понятия «самосохранительное поведение».

В трудах древнегреческого философа Аристотеля старость рассматривается как период, во время которого люди покидают физические, умственные силы, духовные способности [2, с. 321–329]. В свою очередь, Сенека разделяет человеческую жизнь на четыре пе-

риода: «младенчество», «детство», «отрочество» и «старость». По его мнению, в период старости появляется возрастная усталость, а не немощность [3, с. 180–202; 4, с. 85]. Более рациональное понимание старости дается в период Нового времени в работах Ф. Бэкона и Т. Гоббса, где старость, как жизненный период, рассматривается, с одной стороны, как физическое увядание, а с другой – как особое состояние души [5, с. 56; 6, с. 21; 7, с. 85–120].

Первые социологические теории, связанные с изучением особенностей процесса старения, возникли в 60-х гг. XX в., когда превалировала идея о том, что последствия индустриальной революции и развитие национальных государств имеют отрицательные последствия для лиц пожилого возраста [8, с. 75]. По мере того как производственный труд перемещался из дома на фабрики, люди пожилого возраста оказались в зоне риска, что отразилось на их экономической независимости и активности. Таким образом, первые социологические теории были сосредоточены на изучении особенностей адаптации пожилых людей к ситуации приобретения нового социально-экономического статуса и положения. Так, согласно теории «старения как уменьшения обязательств», представленной в трудах американских исследователей Э. Камминга, В. Генри, старость рассматривается как отстранение индивида от активной социальной жизни и общества в целом. По мнению Э. Камминга, В. Генри, «...ослабление взаимодействий между стареющими индивидами и обществом сформировалось как универсальный процесс, который освобождает пожилых от давления социальных институтов и соблюдения социальных норм, что облегчает переход от

жизни к смерти» [9, с. 125]. Большинство ученых-социологов, проводивших свои исследования на рубеже 60–70-х гг. XX в., признавали, что уход пожилых людей от активной социальной жизни не является универсальной социальной закономерностью или нормальной составляющей социального процесса. В частности, в трудах Р. Хэвигхерста, Ш. Тобина изоляция и отказ от социальной активности не являются естественными процессами в ходе старения [10].

Наряду с развитием зарубежной социологической мысли берет свое начало социальная геронтология (50–60-е гг. XX в.), которая была призвана, во-первых, изучать биологические процессы старения индивидов, а во-вторых, разрабатывать комплекс социальных мер, направленных на поддержание и сохранение здоровья индивидов, достигших пожилого возраста. Для достижения указанных задач в рамках социальной геронтологии происходит становление и развитие теории субкультуры, теории активности, теории развития непрерывности жизненного пути, теории наименования и маргинальности и др. Рассмотрим сущность указанных теорий.

Теория субкультуры: лица пожилого возраста относятся к особой субкультуре, для которой характерен набор моделей поведения в обществе, система ценностей, норм, традиций [11].

Теория активности (Р. Хэвигхерст, М. Маддокс): несмотря на возрастные изменения, лица пожилого возраста испытывают те же потребности, что и лица среднего возраста. По мнению авторов теории, благополучное старение предполагает сохранение социально-экономической активности [10].

Теория развития непрерывности жизненного пути: с момента рождения до «последнего вздоха» жизнь индивида представляет собой жизненные этапы, на каждом из которых личность посредством включения в социальные институты приобретает определенные социальные роли и функции. Старость, в понимании авторов теории, интерпретируется как поле битвы за сохранение прежнего стиля жизни, вопреки неизбежным ролевым изменениям.

Теория наименования и маргинальности: старость – это некое состояние девиантности, которое возникает в силу пассивности и упадка материальных доходов. Ключевая идея теории состоит в том, что трудоспособная и обладающая активным влиянием часть населения должна разрабатывать социальные программы, направленные на улучшение жизненных условий лиц пожилого возраста.

Из вышесказанного следует, что вопрос, рассматривающийся в рамках социальной геронтологии начиная с 50–60-х гг. XX в., – разработка социальных мер, направленных на сохранение и поддержание здоровья лиц пожилого возраста, – остается актуальным и в XXI в. На наш взгляд, было бы ошибочно утверждать, что развитие социальной геронтологии способствовало актуализации вопроса, связанного с продлением жизненного долголетия. Так, первые представления о самосохранительном поведении, как факторе сохранения и поддержания здоровья, базируются на трудах классиков социологии Э. Дюркгейма, М. Вебера, Т. Парсонса и др. В частности, Э. Дюркгейм акцентировал свое внимание на поиске объективных критериев, позволяющих науч-

но отличать здоровье от болезней как различных социальных явлений [12, с. 218]. В своих трудах французский социолог рассматривает сущность социального здоровья, которое, по его мнению, заключается в нормальном развитии жизненных сил индивида, коллектива и самого общества, в их способности адаптироваться к условиям среды и использовать ее для своего развития. Из этого следует, что, чем выше уровень социального здоровья, тем выше социальное развитие общества и благосостояние людей, при этом общественная болезнь может зародиться в любых сферах общественных отношений, и ее, по мнению Э. Дюркгейма, необходимо лечить комплексно. Согласно Т. Парсонсу, болезнь представляет собой вид отклоняющегося поведения, а самому индивиду, как носителю болезни, предписывается пассивная роль в сфере общественных отношений [13, с. 17–19]. В данном случае «роль больного» сводится к трем основным позициям: а) воздержание от нормальной общественной деятельности; б) больной считается неспособным «взять себя в руки», «справиться» с собой; в) от больного ожидают отношения к его положению как нежелательному для него самого и не дающему особых преимуществ. В теории социального действия М. Вебера поведение, связанное со здоровьем, складывается в процессе повседневных практик, сформировавшихся под воздействием сложившихся в обществе традиций [14, с. 124–129].

В отечественной социологической мысли вопрос, связанный с изучением самосохранительного поведения, достаточно актуален и в первую очередь связан с социально-экономическими изменениями, произошедшими во второй половине XX в., что существенным образом отразилось на образе жизни россиян. Первое социологическое исследование, направленное на изучение состояния здоровья населения, было проведено в период 1980–1986 гг. под руководством А.И. Антонова, в его ходе были выявлены гендерные разногласия в оценивании здоровья [15]. Стоит отметить, что в период существования Советского Союза тема, связанная с изучением самосохранительного поведения, не нашла должной поддержки, возвращение к данному вопросу приходится на период после распада СССР. Было установлено существование сложной взаимосвязи между уровнем смертности и характеристикой социально-демографической дифференциации. В связи с осознанием того факта, что в современных условиях российского общества все большую роль в детерминации заболеваемости и смертности начинают играть поведенческие факторы, связанные с отношением людей к собственному здоровью, стало использоваться понятие «самосохранительное поведение». В частности, в работах И.В. Журавлевой, В.Я. Шклярука самосохранительное поведение рассматривается как средство для успешной реализации различных аспектов здорового образа жизни [16; 17]. На современном этапе научно-теоретической мысли под самосохранительным поведением понимают систему действий и установок личности, направленных на сохранение и продление жизненного долголетия индивида [18, с. 10].

Необходимо отметить, что проблема сохранения здоровья населения является на сегодняшний день довольно острой. Как известно, на здоровье индивида оказывают влияние внутренние (психологические) и внешние

(экономические, политические, экологические) факторы. С эпохи рыночных отношений начался процесс трансформации общественного сознания и изменения ценностных ориентаций населения. При этом, с одной стороны, индивиды получили больше возможностей для доступа к различным ресурсам независимо от социального статуса и положения, а с другой – в погоне за материальным благополучием индивиды в своей повседневной практике стали уделять меньше внимания своему здоровью. На основании вышесказанного следует отметить, что в силу сложившихся социально-экономических условий институт семьи и брака наряду с выполнением функций, связанных с воспитанием подрастающего поколения, осуществлением социального контроля, должен с самого рождения формировать у ребенка базовые представления о «культуре» самосохранительного поведения. Так, по мнению А.А. Ковалевой, М.В. Игошева, «культура» самосохранительного поведения включает в себя следующие элементы:

- умеренные физические нагрузки (например, занятия оздоровительной физкультурой);
- полный или частичный отказ от употребления алкогольной и сигаретной продукции;
- соблюдение правил здорового питания;
- своевременное обращение в медицинские учреждения [19; 20].

Цель работы – проведение комплексного анализа, касающегося изучения приверженности лиц пожилого возраста к соблюдению правил «культуры» самосохранительного поведения.

#### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты авторского социологического исследования, проведенного в районах г. Волгограда среди лиц пожилого возраста (от 60 лет и старше), подтвердили, что вопрос изучения самосохранительного поведения лиц, относящихся к возрастной категории от 60 лет и старше, является актуальным в условиях современного российского общества. В качестве основных методов сбора социологических данных использовался анкетный опрос и глубинное интервью.

#### ВЫБОРКА ИССЛЕДОВАНИЯ

На первом этапе (декабрь 2016 – март 2017 г.) был проведен анкетный опрос, тип выборки – многоступенчатая (первый этап включал в себя метод квотирования респондентов по полу, возрасту и району проживания, на втором этапе опроса использовался метод доступного случая), по результатам которого было опрошено 500 человек, из них 38,2 % мужчин и 61,8 % женщин. Распределение респондентов по возрасту выглядит следующим образом: 24,6 % – от 60 до 65 лет; 32 % – от 66 до 71 года; 27 % – от 72 до 77 лет; 10,2 % – от 78 до 83 лет и 6,2 % – более 83 лет. На втором этапе (март – август 2017 г.) была проведена серия глубинных интервью с использованием метода «снежного кома» ( $n=20$  человек).

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На основании проведенного эмпирического анализа было установлено, что большая часть опрошенных респондентов полностью или частично пренебрегают правилами и нормами, характерными для «культуры» са-

мосохранительного поведения. Так, 49,7 % отметили, что не занимаются физкультурой/спортом. Несмотря на столь высокий процент респондентов, пренебрегающих одним из правил «культуры» самосохранительного поведения, 42,6 % отметили, что каждый день занимаются физкультурой, 32,4 % – несколько раз в неделю, 15,7 % – несколько раз в месяц, 3,3 % – несколько раз в полгода, 2,5 % – несколько раз в год. Как показали результаты исследования, одна из основных причин, побуждающих лиц пожилого возраста заниматься физкультурой/спортом, – улучшение общего самочувствия (41,4 %).

В результате анализа блока вопросов, касающихся употребления алкогольной и сигаретной продукции, было установлено, что лица пожилого возраста полностью пренебрегают употреблением сигаретной продукции (78,5 % никогда не употребляли, 12,1 % курили ранее и 9,4 % курят в настоящее время), но частично ограничивают себя в употреблении алкогольных продуктов. Согласно полученным результатам, 73,1 % респондентов употребляют алкоголь несколько раз в год (чаще всего по праздникам), 22,7 % – несколько раз в месяц.

Особый интерес, на наш взгляд, представляют данные, отражающие отношение респондентов к употреблению алкогольной и сигаретной продукции в зависимости от половой принадлежности. Так, было установлено, что мужчины наиболее подвержены употреблению данного рода продуктов, в отличие от женщин (таблицы 1, 2).

**Таблица 1.** Распределение ответов на вопрос: «Курите ли Вы в настоящее время?», %

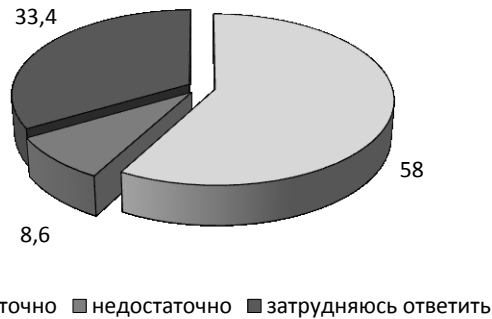
Курите ли Вы в настоящее время?	Пол респондента	
	Мужской	Женский
Да, курю	68,9	31,1
Нет, но курил(а) раньше	70,7	29,3
Нет, и никогда не пробовал(а)	35,5	64,5

**Таблица 2.** Распределение ответов на вопрос: «Употребляете ли Вы алкогольные напитки», %

Употребляете ли Вы алкогольные напитки?	Пол респондента	
	Мужской	Женский
Да	58,2	51,6
Нет	41,8	48,4

Стоит отметить, что в процессе формирования самосохранительного поведения немаловажным аспектом является соблюдение правил здорового питания. Данный факт подтверждается и специалистами здравоохранения [21]. По результатам проведенного социологического исследования установлено, что только каждый третий из опрошенных волгоградцев (33,4 %) придерживается правил здорового питания. В то же время 47,2 % страдают заболеваниями, требующими соблюдения режима и сбалансированности в питании, но, как правило, данная категория респондентов при ответе на вопрос: «Достаточно ли Вы прилагаете усилий для

обеспечения сбалансированного питания?» – дает отрицательный ответ (см. рис. 1). Исключение составляют пожилые люди, страдающие заболеваниями желудочно-кишечной системы.



**Рис. 1.** Распределение ответов на вопрос: «Достаточно ли Вы прилагаете усилий для обеспечения сбалансированного питания?», %

Основными причинами, побуждающими лиц пожилого возраста не соблюдать правила здорового питания, являются нехватка материальных средств (40,8 %), отсутствие времени на приготовление пищи (22,3 %), неумение готовить (10,2 %) и трудности с продуктами питания (6,8 %).

Следующим правилом самосохранительного поведения является своевременное обращение в медицинские учреждения; его соблюдение зависит как от индивида, так и от медицинских работников, предоставляющих медицинские услуги. Как известно, начиная с эпохи постиндустриального общества медицина приобрела статус рынка услуг, на котором взаимодействуют как минимум два актора: «продавец» (врач, медицинские работники) и «покупатель» (пациент). Это нововведение вызвало общественное неодобрение, данный факт нашел свое отражение в результатах проведенного авторского социологического исследования. Так, в процессе проведения опроса лицам пожилого возраста был задан вопрос: «Удовлетворены ли Вы качеством предоставляемых медицинских услуг в Вашем городе?». 4,4 % полностью были удовлетворены, 39,2 % – удовлетворены частично, 30 % – не удовлетворены, 20,6 % – полностью не удовлетворены и 5,7 % затруднились ответить на данный вопрос. Чаще всего посещение лицами пожилого возраста медицинских учреждений является вынужденным в силу ухудшения самочувствия (58,7 %), и только 7,9 % отметили, что обращаются за консультацией в медицинские учреждения для профилактики заболеваний.

Результаты анкетного опроса подтверждаются и выводами, сделанными по итогам проведения глубинных интервью, в которых были зафиксированы нарушения взаимосвязи между участниками медицинских услуг. На основании проведенного анализа было выявлено, что:

1) на сегодняшний день в медицинских учреждениях частично или полностью отсутствует взаимосвязь между врачом и пациентом: «...сегодня врачи настолько загружены писаниной, и когда к ним приходят на прием,

им некогда с пациентом пообщаться, они всё пишут и пишут. Врачи раньше были чуть внимательнее, но сегодня они поставлены в такие рамки, и у них большой круг обязанностей, которые их порой толкают на то, что они практически не уделяют времени пациенту» (Галина Ивановна, 73 года);

2) отмечается коммерциализация сферы здравоохранения: «...масса врачей очень невнимательна. Если у тебя нет денег, то ты никому не интересен...» (Вера Михайловна, 68 лет);

3) несмотря на приобретение медициной нового статуса, запись пациентов на прием к врачу стала носить более ограниченный характер: «...не попадешь к специалисту, к которому ты пришел, нужно идти к терапевту...» (Надежда Андреевна, 76 лет).

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На основании проведенного теоретико-эмпирического анализа было установлено, что самосохранительное поведение лиц пожилого возраста представляет собой систему действий, включающих в себя, с одной стороны, потребность индивида в сохранении и продлении жизненного долголетия, а с другой – оказание квалифицированной помощи со стороны института здравоохранения. Как демонстрируют результаты проведенного авторского социологического исследования, лица пожилого возраста в своей повседневной практике часто сталкиваются с проблемами, связанными с оказанием медицинской помощи. Также было установлено, что ценность здоровья и потребность в его сохранении частично утрачены лицами старше 60 лет. В связи с этим в условиях современного общества наиболее остро должен стоять вопрос о привитии базовых правил и норм «культуры» самосохранительного поведения индивидам независимо от половозрастной группы.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Воробьев Р.В., Короткова А.В. Аналитический обзор проблем здорового старения в странах Европейского региона и Российской Федерации // Социальные аспекты здоровья населения. 2016. Т. 52. № 5. С. 3.
2. Аристотель. Собрание сочинений. В 4 т. Т. 1. М.: Мысль, 1976. 550 с.
3. Сенека Луций Анней. Письма Луцилию. Симферополь: Реноме, 1998. 384 с.
4. Сенека Луций Анней. О благоденствиях. М.: Республика, 1995. 630 с.
5. Бэкон Ф. Опыты, или наставления нравственные и политические. 1597–1612 // Сочинения в 2 т. Т. 2. М.: Мысль, 1978. С. 348–481.
6. Гоббс Т. Левиафан, или Материя, форма и власть государства церковного и гражданского // Сочинения в 2 т. Т. 2. М.: Мысль, 1991. С. 3–623.
7. Гоббс Т. Человеческая природа // Сочинение в 2 т. Т. 1. М.: Мысль, 1989. С. 507–573.
8. Сергеева О.В. Социология старения и возрастного неравенства (обзор западных концепций) // Вестник Волгоградского государственного университета. Серия 7: Философия. Социология и социальные технологии. 2012. № 2. С. 74–79.
9. Cumming E., Henry W. Growing Old: The Process of Disengagement. New York: Basic Books, 1961. 293 p.



10. Havighurst R.J., Neugarten B.L., Tobin S.S. Disengagement and Patterns of Aging // *Middle Age and Aging: A Reader in Social Psychology*. Chicago: University of Chicago Press, 1968. P. 161–172.
11. Фокина Е.В. Взаимосвязь теории старения и межпоколенного подхода в социальном воспитании // *Известия Тульского государственного университета. Гуманитарные науки*. 2011. № 2. С. 233–241.
12. Дюркгейм Э. Социология и теория познания. М.: Изд-во Моск. ун-та, 1980. 394 с.
13. Парсонс Т. Система современных обществ. М.: Аспект Пресс, 1998. 270 с.
14. Вебер М. Основные социологические понятия // *Избранные произведения*. М.: Прогресс, 1990. С. 602–643.
15. Антонов А.И. Опыт исследования установок на здоровье и продление жизни // *Социальные проблемы здоровья и продолжительности жизни*. М., 1989. С. 44–45.
16. Журавлева И.В. Самосохранительное поведение и здоровье // *Проблемы демографического развития СССР*. М., 1998. С. 111–112.
17. Шклярчук В.Я. Самосохранительное поведение как вид демографического поведения // *Вестник Саратовского государственного технического университета*. 2011. Т. 1. № 1. С. 316–326.
18. Журавлев И.В. Отношение к здоровью индивида и общества. М.: Наука, 2006. 238 с.
19. Ковалева А.А. Самосохранительное поведение в системе факторов, оказывающих влияние на состояние здоровья // *Журнал социологии и социальной антропологии*. 2008. Т. XI. № 2. С. 179–191.
20. Игошев М.В. Социетальный подход в трактовке самосохранительного поведения // *Теория и практика общественного развития*. 2013. № 7. С. 39–41.
21. Караханова Т.М. Время сна, питания, ухода за собой как акторы сохранения здоровья // *Общество и здоровье: современное состояние и тенденции развития: сборник материалов Всерос. науч.-практ. конф.* М.: РОС, 2013. С. 554–565.
6. Hobbes T. Leviathan or The Matter, Forme and Power of a Common-Wealth Ecclesiasticall and Civil. *Collected works in 2 vol.*, vol. 2. Moscow, Mysl' Publ., 1991, pp. 3–623.
7. Hobbes T. Human Nature. *Collected works in 2 vol.*, vol. 1. Moscow, Mysl' Publ., 1989, pp. 507–573.
8. Sergeeva O.V. Sociology of aging and ageism: a review of the contribution of western approaches. *Vestnik Volgogradskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya 7: Filosofiya. Sotsiologiya i sotsialnye tekhnologii*, 2012, no. 2, pp. 74–79.
9. Cumming E., Henry W. *Growing Old: The Process of Disengagement*. New York, Basic Books, 1961. 293 p.
10. Havighurst R.J., Neugarten B.L., Tobin S.S. Disengagement and Patterns of Aging. *Middle Age and Aging: A Reader in Social Psychology*. Chicago, University of Chicago Press, 1968, pp. 161–172.
11. Fokina E.V. Connection of theories of aging and intergenerational approach in social education. *Izvestiya Tuls'kogo gosudarstvennogo universiteta. Gumanitarnye nauki*, 2011, no. 2, pp. 233–241.
12. Durkheim E. *Sotsiologiya i teoriya poznaniya* [Sociology and thorium of knowledge]. Moscow, Moskovskiy gos. universitet Publ., 1980. 394 p.
13. Parsons T. *Sistema sovremennykh obshchestv* [The system of modern societies]. Moscow, Aspekt Press Publ., 1998. 270 p.
14. Weber M. Basic sociological concepts. *Selected works*. Moscow, Progress Publ., 1990, pp. 602–643.
15. Antonov A.I. Experience in the study of health and life extension plans. *Sotsialnye problemy zdorov'ya i prodolzhitel'nosti zhizni*. Moscow, 1989, pp. 44–45.
16. Zhuravleva I.V. Self-protective behavior and health. *Problemy demograficheskogo razvitiya SSSR*. Moscow, 1998, pp. 111–112.
17. Shklyaruk V.Ya. Self-preserving behavior as a type of demographic behavior. *Vestnik Saratovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2011, vol. 1, no. 1, pp. 316–326.
18. Zhuravlev I.V. *Otnoshenie k zdorov'yu individa i obshchestva* [Attitude to the health of the individual and society]. Moscow, Nauka Publ., 2006. 238 p.
19. Kovaleva A.A. Self-care behavior in the system of health affecting factors. *Zurnal sotsiologii i sotsialnoy antropologii*, 2008, vol. XI, no. 2, pp. 179–191.
20. Igoshev M.V. Societal approach to interpretation of the self-preservation behavior. *Teoriya i praktika obshchestvennogo razvitiya*, 2013, no. 7, pp. 39–41.
21. Karakhanova T.M. Time of sleep, nutrition, self-care as actors of health preservation. *Sbornik materialov Vseros. nauch.-prakt. konf. "Obshchestvo i zdorovie: sovremennoe sostoyanie i tendentsii razvitiya"*. Moscow, ROS Publ., 2013, pp. 554–565.

#### REFERENCES

1. Vorobyev R.V., Korotkova A.V. Analytical review of healthy ageing in the European countries and Russian Federation. *Sotsialnye aspekty zdorov'ya naseleniya*, 2016, vol. 52, no. 5, p. 3.
2. Aristotle. *Sobranie sochineniy*. V 4 t. [Collected works. In 4 vol.]. Moscow, Mysl' Publ., 1976. Vol. 1, 550 p.
3. Seneca Lucius Annaeus. *Pisma Lutsiliyu* [Letters to Lucilium]. Simferopol, Renome Publ., 1998. 384 p.
4. Seneca Lucius Annaeus. *O blagodeyaniyakh* [About the blessings]. Moscow, Respublika Publ., 1995. 630 p.
5. Bacon F. Experiences or moral and political instruction. 1597–1612. *Collected works in 2 vol.*, vol. 2. Moscow, Mysl' Publ., 1978, pp. 348–481.

**SPECIAL CHARACTERISTICS OF SELF-PRESERVATION BEHAVIOR  
OF ELDERLY PEOPLE: REGIONAL ASPECT**

© 2017

*L.A. Leshchenko*, postgraduate student  
*Volgograd Institute of Management, Branch of RANEPA, Volgograd (Russia)*

*Keywords:* elderly people; self-preservation behavior; culture of self-preservation behavior; elements of culture of self-preservation behavior; old age; social gerontology.

*Abstract:* The issue associated with the retention and prolongation of life longevity of elderly people is relevant within the frames of sociological thought. As known, the transition of Russian society to the new model of market relations caused the transformation of value orientations of the population within the frames of which health begins to be considered by the individuals as a private property. Steady social views could not but affect the health of elderly people who, because of age-related changes, lose their physiological potential. In sociology, the study of the issue related to the retention of life longevity of persons is carried out through the concept of “self-preservation behavior”. The purpose of this paper is to carry out complex analysis associated with the study of engagement of elderly people in following certain rules of “culture” of self-preservation behavior. The research tasks were solved on the basis of the application of the technique of questioning and depth interview carried out among elderly people of Volgograd. According to the results of the carried out study, it was determined that the “culture” of self-preservation behavior supposes, on the one hand, the following certain rules of the healthy lifestyle (eutrophy, moderate physical activity, etc.), on the other hand, early medical help sought. Social relations between a doctor and a patient are the platform, based on which, the curing process is built that promotes the sustention of life longevity of an individual. As it was determined, the traditional interrelation between a doctor and a patient (of elderly age) is fully or partly lost. The results of the study proved as well that men, as against women, during their everyday practice, deviate more often from the following the rules appropriate for the “culture” of self-preservation behavior.

## ГОЛОФРАСТИЧЕСКИЕ КОНСТРУКЦИИ В АМЕРИКАНСКОМ ПРЕДВЫБОРНОМ ДИСКУРСЕ

© 2017

*А.А. Сорокина*, кандидат филологических наук, старший преподаватель кафедры английской филологии  
Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева, Саранск (Россия)

**Ключевые слова:** предвыборный дискурс; голофрастическая конструкция (голофразис); речевое манипулирование; функция размывания смысла; экспрессия; компрессия информации.

**Аннотация:** Статья посвящена рассмотрению таких реалий языка, как голофрастические конструкции. Предвыборный дискурс представляет собой одну из наиболее благоприятных сред реализации манипулирования. Однако, несмотря на ряд работ, посвященных речевому манипулированию в предвыборном дискурсе, они еще не были предметом отдельных лингвистических исследований в нем. Включая в свой состав несколько лексических единиц и, в то же время, являясь единым целым, голофрастические конструкции аккумулируют в себе множество смыслов и могут трактоваться неоднозначно. В статье представлена разработанная в ходе анализа языкового материала классификация основных функций, характерных для голофрастических конструкций в американском предвыборном дискурсе. При этом исследовано взаимодействие голофрастических конструкций с окружающим их контекстом и определены основные цели их использования. Несмотря на общую тенденцию голофрастических конструкций быть полифункциональными, удалось выделить три основные функции голофразиса, напрямую связанные с экономией времени выступления, приданием коммуникации более оживленного, эмоционального характера и желанием говорящего избежать конкретики, создать двусмысленность высказывания. Некоторые голофрастические конструкции были отнесены к средствам создания комичного в речи, однако их использование в качестве инструмента создания смешного в изучаемом типе дискурса крайне ограничено. Произведен подсчет числа голофрастических конструкций в речи каждого отдельного кандидата. По результатам исследования становится очевидным, что данные образования языка в исследуемом типе дискурса могут реализовывать скрытые интенции говорящего. Использование голофрастических конструкций в выступлениях свойственно не всем ораторам, поскольку их количество значительно варьируется в речи разных кандидатов.

### ВВЕДЕНИЕ

Данная статья посвящена рассмотрению явления голофрастических конструкций (далее – ГК) в предвыборном дискурсе. Материалом исследования послужили выступления кандидатов в президенты США в период предвыборных кампаний 2008, 2012 и 2016 гг., размещенные на сайтах, посвященных предвыборным кампаниям в Америке за указанный период.

Интерес к голофрастическим конструкциям вызван их нестандартностью, которая бросается в глаза и привлекает внимание, как на слух, так и при зрительном восприятии. Данный стилистический прием можно классифицировать как языковую игру, так как с его помощью реализуется игровая функция языка, основной характеристикой которой Е.А. Храмова называет возможность креативного использования языковой системы [1, с. 67]. Это обуславливает наличие у коммуникантов определенных интеллектуальных способностей и нетривиального мышления. С этой точки зрения, можно предположить, что количество ГК в предвыборных выступлениях разных кандидатов будет отличаться, в зависимости от их способности нетривиально мыслить и владения словообразовательными возможностями языка.

Для определения термина «голофрастические конструкции» [2] в данной работе обратимся к определению О.С. Ахмановой, которая называет голофразис сращением всей фразы в своего рода единое слово [3]. Языковые единицы, образованные по типу голофразиса в работе не рассматриваются как окказионализмы, поскольку они интересуют нас с точки зрения своей структуры и функций, а не как способ существования в языке. Тот факт, что ГК функционируют в речи как одна лексема,

не означает, что между словом, как цельнооформленной единицей языка, и ГК можно поставить знак равенства. Содержательный потенциал голофразиса гораздо выше, чем у слова. Е. Косериу пишет, что продукты словообразования отличает большая содержательность по сравнению с их лексическими базами [4, с. 53]. Еще одна его особенность, на которую указывает Н.Д. Миловская, это время существования в языке. ГК обусловлены спецификой контекста, и, выполнив свою коммуникативную функцию, перестают существовать, так и не получив широкого употребления [2, с. 51].

Классификация ГК может осуществляться с точки зрения их текстового функционирования [5]. В данной работе нас интересует функционирование стилистическое, выявление мотивации образования подобных конструкций [6], а также их оценочный компонент, поэтика, о которых пишет в своих работах И.А. Ковынева [7–9].

Большинство исследователей сходятся во мнении о стилистических функциях голофразиса. Н.М. Бердова указывает на то, что голофрастические образования используются для оживления повествования [10, с. 6]. А. Мартине приписывает голофразису экономию языковых средств и связывает ее с языковыми изменениями эволюционного характера [11, с. 532–533]. Наиболее полное описание стилистических особенностей ГК в речи представлено в работе Н.Д. Миловской. Среди них автор выделяет: 1) распыленность значения; 2) нетрадиционность; 3) экономичность текста [2, с. 51].

На основе данных особенностей нами были выделены функции, которые реализуются ГК при манипулировании в предвыборном дискурсе: функция размывания смысла; экспрессивная функция (ее результатом может быть эффект неожиданности, оживление коммуника-

ции, привлечение внимания читателя, выражение своего отношения к описываемому и др.); функция семантической компрессии.

Необходимо отметить, что ГК не в полной мере соответствуют роли, отводимой им в языке. М.В. Радченко отмечает, что их теоретическая «одноразовость» верна лишь с точки зрения их образования, но не функционирования [12]. С одной стороны, ГК отличает временность существования, так как предполагается, что они создаются для отдельно взятого контекста, и как только контекст теряет свою актуальность, ГК исчезают вместе с ним, и их функционированием вне его. С другой стороны, ГК остаются понятными, даже будучи вырванными из контекста, ради которого они были созданы и, следовательно, могут быть помещены в любой другой контекст, часто используются при описании политических деятелей их противниками и становятся крылатыми выражениями среди народа.

Цель работы – определение функциональной значимости голофрастических конструкций как языковых средств манипулирования. Для достижения указанной цели необходимо обнаружить интенции говорящего, связанные с употреблением ГК в предвыборном дискурсе.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В ходе анализа предвыборных выступлений кандидатов в президенты США, выделенные примеры ГК были сгруппированы в работе в соответствии с целями их использования:

1. Голофрастические конструкции, выполняющие функцию размывания смысла: *all-or-nothing attempt* [13] (попытка сделать-все-или-ничего), *an all-out, all-in, all-of-the-above strategy* [14] (всеобъемлющая стратегия), *you-name-it* [15] (сами-дайте-этому-название), *Obama-era policies* [16] (законы времен Обамы).

Примеры голофразиса, относящиеся к данной функции, можно разделить на две группы. К первой группе относятся ГК, используемые в качестве обобщения, некоего контейнера для информации, который слушающий должен заполнить самостоятельно, на основе сделанных выводов, к которым его незаметно подвел говорящий (“*That same day, I will send to Congress a comprehensive reform and rollback of job-killing mandates created by Obamacare, Dodd-Frank and other Obama-era policies*” [16] (В тот самый день я представлю Конгрессу комплексную реформу и отмену ведущие к безработице закон о реформе системы здравоохранения Обамакеа, реформировании Уолл-стрит и защите потребителей Додда Франка и другие **законы времен Обамы**)). Во второй группе голофразис, наоборот, функционирует как «частность» и является элементом в цепочке перечислений (“*There are 47 percent who are with him, who are dependent upon government, who believe that they are victims, who believe that government has a responsibility to care for them, who believe that they are entitled to health care, to food, to housing, to you-name-it*” [15] (47 процентов населения страны поддерживает его, они зависимы от правительства, они считают себя жертвами и полагают, что правительство обязано заботиться о них, что они имеют право на бесплатную медицину, еду, жилье, **сами-дайте-этому-название**)).

2. Голофрастические конструкции, выполняющие экспрессивную функцию: *a stem-to-stern review* [17] (масштабный пересмотр), *you are on your own philosophy* [18] (философия каждый-сам-по-себе), *the top-down, government-knows-best approach* [19] (подход, когда директивы спускаются сверху, и правительство знает, что для нас лучше), *show-me, don't tell me election* [13] (выборы дела, а не слова), *small-time thinking and self-interested politics* [20] (непродуманные решения и коррумпированная политика), *phone-it-in foreign policy* [20] (решение проблем внешней политики по телефону), *the Obama-Clinton-Kerry team* [20] (команда Обамы, Клинтон и Керри).

В ходе изучения данной группы примеров был сделан вывод о том, что экспрессивность ГК в предвыборном дискурсе в основном связана с выражением отрицательного отношения говорящего к описываемым событиям или лицам (“*That's part of that same old "you are on your own" philosophy that says we should just leave everybody to fend for themselves; let the most powerful do whatever they please*” [18] (Это часть той старой **философии каждый-сам-по-себе**, по которой нам следует бросить людей на произвол судьбы и позволить сильным мира сего делать, что им заблагорассудится)).

3. Голофрастические конструкции, выполняющие функцию компрессии информации: *principle of pay-as-you-go* [21] (принцип возмездного выхода (из чего-либо)), *a billion dot-com entrepreneur* [21] (миллиардный предприниматель, сделавший состояние в интернете), *don't ask, don't tell* [22] (не спрашивай, не отвечай), *simple-to-read report* [20] (легко читающийся доклад), *easy-to-understand information* [20] (легко воспринимаемая информация), *a can-do kind of country* [23] (страна, которая все может), “*Too Big to Fail*” *banks* [24] (банки, закрытие которых приведет к большим финансовым рискам).

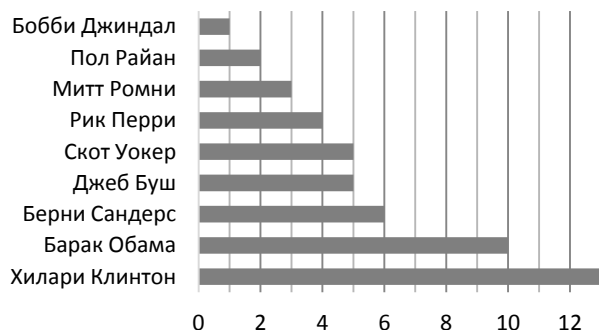
Исследование ГК данного типа показало, что основная цель их использования обусловлена желанием автора избежать долгого и подробного описания. Это связано с двумя противоречивыми факторами: во-первых, аудитория и оратор владеют пресуппозицией или имеют общий фонд знаний и не нуждаются в дополнительных объяснениях; во-вторых, особенностью ГК при экономии языковых средств оказалось сохранение смысла высказывания.

В результате анализа примеров была выделена еще одна особенность ГК – создание комического эффекта: *his apprentice-in-waiting Hillary Clinton* [25] (девочка-на-побегушках Хиллари Клинтон), *the not-so-quiet joy* [20] (далеко-не тихая-радость).

Анализ комических ГК показал, что в предвыборном дискурсе они могут выражать как откровенный сарказм (“*It's time to level with the American people. This President, and his apprentice-in-waiting Hillary Clinton, are leading America down the path to destruction*” [25] (Пришло время быть честными с американским народом. Президент и его **девочка-на-побегушках Хиллари Клинтон** ведут Америку в пропасть)), так и имеют целью повеселить аудиторию (“*And together, we had the not-so-quiet joy of raising three children*” [21] (И вместе мы испытывали **далеко-не-тихую радость** от счастья воспитывать троих детей)), что также является

средством манипулирования адресатом, чему была посвящена наша предыдущая статья [26].

Количественный анализ ГК в предвыборных речах одного кандидата с целью сравнения их итоговой суммы представлен на Рисунке 1.



**Рис. 1.** Количество ГК в предвыборных выступлениях кандидатов

Сумма обнаруженных ГК составляет 49 единиц. Самый высокий процент ГК был обнаружен в текстах выступлений Хиллари Клинтон. По мере убывания ГК были обнаружены в речах Барака Обамы, Берни Сандерса, Джеба Буша, Рика Перри и Митта Ромни. При этом следует учитывать различия в объеме проанализированного материала речей каждого из кандидатов. Так, например, количество страниц выступлений Рика Перри или Джеба Буша относительно речей Барака Обамы составляет 1 страница к 35, а Хиллари Клинтон и Барака Обамы – 1 страница к 2. Это говорит о том, что некоторые кандидаты рассматривают ГК как одно из основополагающих средств воздействия на адресата.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

По итогам анализа выступлений кандидатов в президенты США можно сделать следующие выводы:

1. Установлено, что голофразис является частью языка предвыборного дискурса и одним из средств манипулирования в нем. Достаточно ограниченное использование голофрастических конструкций в изучаемом типе дискурса объясняется тем, что креативность в языке доступна далеко не всем его носителям. Наличие ГК в предвыборных выступлениях кандидатов это показатель их интеллекта.

2. По функциональной значимости, все обнаруженные ГК делятся на три приблизительно равные группы. Была выявлена такая общая особенность ГК, как полифункциональность. Большинство примеров голофразиса в речи оратора реализуют экспрессивную функцию, что свидетельствует о том, что нейтральное использование ГК практически отсутствует. Частоту реализации функции экономии или компрессии информации свидетельствует о нежелании выступающих превращать предвыборную риторику в скучный монолог и тенденции к упрощению подаваемой информации, связанной с фактором массового реципиента в предвыборном дискурсе.

3. Малочисленность примеров голофразиса в функции создания комического эффекта высказывания доказывает, что главный результат языковой игры – шутка – не является главным результатом использования ГК в предвыборном дискурсе.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Храмова Е.А. Фонетические средства создания игрового смысла в англоязычном мини-тексте : дис. ... канд. филол. наук. Пятигорск, 2015. 184 с.
2. Миловская Н.Д. Голофрастические конструкции в современном немецком языке : дис. ... канд. филол. наук. Калинин, 1984. 225 с.
3. Ахманова О.С. Словарь лингвистических терминов. М.: Наука, 2003. 358 с.
4. Coseriu E. Inhaltliche Wortbildungslehre // *Perspective der Wortbildungsforschung*. Bonn: Ferd, 1977. P. 49–58.
5. Алешина А.А. Классификация голофрастических конструкций в английском языке (на материале романа L. Weisberger «The devil Wears Prada») // *Ученые записки Орловского государственного университета*. 2014. № 4. С. 115–117.
6. Улуханов И.С. Мотивация в словообразовательной системе русского языка. М.: Либроком, 2010. 320 с.
7. Ковынева И.А. Идеология голофрастических конструкций: цели создания и функции // *Вестник Костромского государственного университета*. 2011. Т. 17. № 2. С. 167–170.
8. Ковынева И.А. Лексикографическая поэтика голофрастических конструкций // *Культура и цивилизация*. 2017. Т. 7. № 1А. С. 371–380.
9. Изотов В.П., Ковынева И.А. От голофрастической конструкции к словотексту // *Современные проблемы науки и образования*. 2015. № 2. С. 362–368.
10. Бердова Н.М. Коммуникативно-стилистическая характеристика окказиональных словообразований // *Лексика и текст*. Калинин: Калинин. ун-т, 1983. С. 3–10.
11. Мартине А. Основы общей лингвистики // *Новое в лингвистике*. Вып. 3. М.: Прогресс, 1962. С. 532–533.
12. Радчено М.В. Причины и способы появления окказиональных слов в языке прессы // *Современные исследования социальных проблем*. М.: Университет РАО, 2013. С. 106–109.
13. Presidential Election Campaign Announcement Speech by Scott Walker. URL: [electionspeeches.com/scott-walker-speech.htm](http://electionspeeches.com/scott-walker-speech.htm).
14. Campaign Buzz August 29, 2012: Rep. Paul Ryan's Speech at the 2012 Republican National Convention. URL: [historymusings.wordpress.com/2012/08/29/full-text-campaign-buzz-august-29-2012-rep-paul-ryans-speech-at-the-2012-republican-national-convention/](http://historymusings.wordpress.com/2012/08/29/full-text-campaign-buzz-august-29-2012-rep-paul-ryans-speech-at-the-2012-republican-national-convention/).
15. Transcript: Obama's State Of The Union Address. URL: [npr.org/2012/01/24/145812810/transcript-obamas-state-of-the-union-address](http://npr.org/2012/01/24/145812810/transcript-obamas-state-of-the-union-address).
16. Campaign Buzz September 19, 2012: Mitt Romney's 47 Percent Victim Voters Speech at May Private Fundraiser – Mother Jones Video Transcript. URL: [historymusings.wordpress.com/2012/09/19/full-text-campaign-buzz-september-19-2012-mitt-romneys-47-percent-victim-voters-speech-at-may-private-fundraiser-mother-jones-video-transcript/](http://historymusings.wordpress.com/2012/09/19/full-text-campaign-buzz-september-19-2012-mitt-romneys-47-percent-victim-voters-speech-at-may-private-fundraiser-mother-jones-video-transcript/).

17. Presidential Campaign Announcement Speech by Rick Perry.  
URL: [electionspeches.com/rick-perry-speech.htm](http://electionspeches.com/rick-perry-speech.htm).
  18. Barack Obama. Remarks Announcing Candidacy for President in Springfield, Illinois.  
URL: [presidency.ucsb.edu/ws/?pid=77053](http://presidency.ucsb.edu/ws/?pid=77053).
  19. Barack Obama. Weekly Address: It's Time for Congress to Get to Work. URL: [whitehouse.gov/photos-and-video/video/2012/06/02/weekly-address-it-s-time-congress-get-work](http://whitehouse.gov/photos-and-video/video/2012/06/02/weekly-address-it-s-time-congress-get-work).
  20. Full Campaign Buzz May 23, 2012: Mitt Romney Unveils Education Plan to the Latino Coalition's Annual Economic Summit – Will Increase School Choice for Low-Income Students Through Vouchers.  
URL: [historymusings.wordpress.com/2012/05/23/full-campaign-buzz-may-23-2012-mitt-romney-unveils-education-plan-to-the-latino-coalitions-annual-economic-summit/](http://historymusings.wordpress.com/2012/05/23/full-campaign-buzz-may-23-2012-mitt-romney-unveils-education-plan-to-the-latino-coalitions-annual-economic-summit/).
  21. 2016 Presidential Election Campaign Announcement Speech by Bobby Jindal.  
URL: [electionspeches.com/bobby-jindal-speech.htm](http://electionspeches.com/bobby-jindal-speech.htm).
  22. 2016 Presidential Election Campaign Announcement Speech by Jeb Bush. URL: [electionspeches.com/jeb-bush-speech.htm](http://electionspeches.com/jeb-bush-speech.htm).
  23. Barack Obama. Remarks by the President  
URL: [whitehouse.gov/the-press-office/2012/11/09/remarks-president](http://whitehouse.gov/the-press-office/2012/11/09/remarks-president).
  24. Hillary Clinton. Remarks on Government Reform at St. Anselm College in Manchester, New Hampshire.  
URL: [presidency.ucsb.edu/ws/?pid=77049](http://presidency.ucsb.edu/ws/?pid=77049).
  25. Hillary Clinton. Remarks in Cedar Falls, Iowa.  
URL: [presidency.ucsb.edu/ws/index.php?pid=110271](http://presidency.ucsb.edu/ws/index.php?pid=110271).
  26. Сорокина А.А. Средства создания комического эффекта в американском предвыборном дискурсе // Филологические науки. Вопросы теории и практики. 2016. № 5-3. С. 146–150.
- REFERENCES**
1. Khramova E.A. *Foneticheskie sredstva sozdaniya igrovogo smysla v angloyazychnom mini-tekste*. Dis. kand. filol. nauk [Phonetical means of creating the word play in an English mini-text]. Pyatigorsk, 2015. 184 p.
  2. Milovskaya N.D. *Golofasticheskie konstruksii v sovremennom nemetskom yazyke*. Dis. kand. filol. nauk [Holophrastic in the Modern German]. Kalinin, 1984. 225 p.
  3. Akhmanova O.S. *Slovar lingvisticheskikh terminov* [Dictionary of Linguistics Terms]. Moscow, Nauka Publ., 2003. 358 p.
  4. Coseriu E. *Inhaltliche Wortbildungslehre. Perspective der Wortbildungsforschung*. Bonn, Ferd Publ., 1977, pp. 49–58.
  5. Alishina A.A. The classification of holophrastic constructions in the English language (based on the novel by L. Weisberger "The devil Wears Prada"). *Uchenye zapiski Orlovskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2014, no. 4, pp. 115–117.
  6. Ulukhanov I.S. *Motivatsiya v slovoobrazovatelnoy sisteme russkogo yazyka* [Motivation of the Word Formation in the Russian Language]. Moscow, Librokom Publ., 2010. 320 p.
  7. Kovyneva I.A. Ideology of holophrastic constructions: aims of creation and functions. *Vestnik Kostromskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2011, vol. 17, no. 2, pp. 167–170.
  8. Kovyneva I.A. Lexicographical poetics of the holophrastic constructions. *Kultura i tsivilizatsiya*, 2017, vol. 7, no. 1A, pp. 371–380.
  9. Izotov V.P., Kovyneva I.A. From holophrastic construction to the word-text. *Sovremennye problemy nauki i obrazovaniya*, 2015, no. 2, pp. 362–368.
  10. Berdova N.M. Communicative and stylistically characteristic of occasional words. *Leksika i tekst*. Kalinin, Kalinin. un-t Publ., 1983, pp. 3–10.
  11. Martine A. Basic principles of general linguistics. *Novoe v lingvistike*. Moscow, Progress Publ., 1962. Vyp. 3, pp. 532–533.
  12. Radchenko M.V. Causes and ways of occurrence of occasional words in the language of the press. *Sovremennye issledovaniya sotsialnykh problem*. Moscow, Universitet RAO Publ., 2013, pp. 106–109.
  13. Presidential Election Campaign Announcement Speech by Scott Walker. URL: [electionspeches.com/scott-walker-speech.htm](http://electionspeches.com/scott-walker-speech.htm).
  14. Campaign Buzz August 29, 2012: Rep. Paul Ryan's Speech at the 2012 Republican National Convention. URL: [historymusings.wordpress.com/2012/08/29/full-text-campaign-buzz-august-29-2012-rep-paul-ryans-speech-at-the-2012-republican-national-convention/](http://historymusings.wordpress.com/2012/08/29/full-text-campaign-buzz-august-29-2012-rep-paul-ryans-speech-at-the-2012-republican-national-convention/).
  15. Transcript: Obama's State Of The Union Address.  
URL: [npr.org/2012/01/24/145812810/transcript-obamas-state-of-the-union-address](http://npr.org/2012/01/24/145812810/transcript-obamas-state-of-the-union-address).
  16. Campaign Buzz September 19, 2012: Mitt Romney's 47 Percent Victim Voters Speech at May Private Fundraiser – Mother Jones Video Transcript.  
URL: [historymusings.wordpress.com/2012/09/19/full-text-campaign-buzz-september-19-2012-mitt-romneys-47-percent-victim-voters-speech-at-may-private-fundraiser-mother-jones-video-transcript/](http://historymusings.wordpress.com/2012/09/19/full-text-campaign-buzz-september-19-2012-mitt-romneys-47-percent-victim-voters-speech-at-may-private-fundraiser-mother-jones-video-transcript/).
  17. Presidential Campaign Announcement Speech by Rick Perry. URL: [electionspeches.com/rick-perry-speech.htm](http://electionspeches.com/rick-perry-speech.htm).
  18. Barack Obama. Remarks Announcing Candidacy for President in Springfield, Illinois.  
URL: [presidency.ucsb.edu/ws/?pid=77053](http://presidency.ucsb.edu/ws/?pid=77053).
  19. Barack Obama. Weekly Address: It's Time for Congress to Get to Work. URL: [whitehouse.gov/photos-and-video/video/2012/06/02/weekly-address-it-s-time-congress-get-work](http://whitehouse.gov/photos-and-video/video/2012/06/02/weekly-address-it-s-time-congress-get-work).
  20. Full Campaign Buzz May 23, 2012: Mitt Romney Unveils Education Plan to the Latino Coalition's Annual Economic Summit – Will Increase School Choice for Low-Income Students Through Vouchers.  
URL: [historymusings.wordpress.com/2012/05/23/full-campaign-buzz-may-23-2012-mitt-romney-unveils-education-plan-to-the-latino-coalitions-annual-economic-summit/](http://historymusings.wordpress.com/2012/05/23/full-campaign-buzz-may-23-2012-mitt-romney-unveils-education-plan-to-the-latino-coalitions-annual-economic-summit/).
  21. 2016 Presidential Election Campaign Announcement Speech by Bobby Jindal.  
URL: [electionspeches.com/bobby-jindal-speech.htm](http://electionspeches.com/bobby-jindal-speech.htm).
  22. 2016 Presidential Election Campaign Announcement Speech by Jeb Bush. URL: [electionspeches.com/jeb-bush-speech.htm](http://electionspeches.com/jeb-bush-speech.htm).
  23. Barack Obama. Remarks by the President.  
URL: [whitehouse.gov/the-press-office/2012/11/09/remarks-president](http://whitehouse.gov/the-press-office/2012/11/09/remarks-president).

24. Hillary Clinton. Remarks on Government Reform at St. Anselm College in Manchester, New Hampshire.  
URL: [presidency.ucsb.edu/ws/?pid=77049](http://presidency.ucsb.edu/ws/?pid=77049).
25. Hillary Clinton. Remarks in Cedar Falls, Iowa.  
URL: [presidency.ucsb.edu/ws/index.php?pid=110271](http://presidency.ucsb.edu/ws/index.php?pid=110271).
26. Sorokina A.A. Means to create comic effect in the American pre-election discourse. *Filologicheskie nauki. Voprosy teorii i praktiki*, 2016, no. 5-3, pp. 146–150.

#### HOLOPHRASIS IN THE AMERICAN ELECTION DISCOURSE

© 2017

*A.A. Sorokina*, PhD (Philology), senior lecturer of the English Philology Chair  
*Ogarev Mordovia State University, Saransk (Russia)*

*Keywords:* election discourse; holophrastic construction (holophrasis); language manipulation; eliminating straight speaking; expression; information compression.

*Abstract:* The article focuses on such language phenomenon as holophrasis. Election discourse may be considered as one of the most productive types of discourse for implementing different kinds of manipulation. Although there are plenty of scientific works related to the language manipulation in the election discourse, holophrasis has never been viewed under this aspect. In spite of the fact, a holophrastic construction comprises several words, they are to be regarded as one. As a result, it accumulates different meanings in its body which results in various interpretations of a holophrastic construction. The article reveals the classification of the main functions of holophrasis in the American election discourse. The context has also been taken into consideration. Due to this, the main objectives of the usage of such constructions have been detected. As it turned out, all holophrastic constructions tend to be multifunctional. There are three main functions of holophrasis which have to do with time saving, enlivening communication to be more emotional and engaging, and eliminating straight speaking to make the utterance sound ambiguous. Some holophrastic constructions were attributed to the means of humour in speech. However, they are quite rare in this type of discourse. The number of holophrastic constructions was calculated in speech of different candidates. The conducted research shows that although holophrasis cannot be found in every election speech or be a characteristic of every speaker in the American election discourse, holophrastic constructions can fulfill the latent intentions of speechmakers.

---

## НАШИ АВТОРЫ

**Андреюшкина Татьяна Николаевна**, доктор филологических наук, доцент, профессор кафедры «Теория и практика перевода».

Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

Тел.: (8482) 53-93-60

E-mail: andr8757@mail.ru

**Астафурова Елена Геннадьевна**, доктор физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник.

Адрес: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, 634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/4.

Тел.: 8 903 913-23-39

E-mail: elena.g.astafurova@gmail.com

**Атамашкин Артем Сергеевич**, аспирант.

Адрес: Оренбургский государственный университет, 460018, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 13.

Тел.: +7 922 866-97-65

E-mail: atamashkin2017@yandex.ru

**Батаев Владимир Андреевич**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой материаловедения в машиностроении.

Адрес: Новосибирский государственный технический университет, 630073, Россия, г. Новосибирск, пр-т К. Маркса, 20.

Тел.: (383) 346-06-12

E-mail: bataev@corp.nstu.ru

**Белова Юлия Юрьевна**, кандидат социологических наук, доцент кафедры социальных наук и технологий, докторант кафедры социологии.

Адрес 1: Поволжский государственный технологический университет, 424000, Россия, г. Йошкар-Ола, пл. Ленина, 3.

Адрес 2: Мордовский государственный университет имени Н.П. Огарева, 430005, Россия, г. Саранск, ул. Большевицкая, 68.

Тел.: (8362) 68-60-35

E-mail: juliya01@mail.ru

**Березнер Арсений Дмитриевич**, аспирант кафедры теоретической и экспериментальной физики.

Адрес: Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, 392000, Россия, г. Тамбов, ул. Интернациональная, 33.

Тел.: (4752) 72-34-34

E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

**Боргардт Татьяна Александровна**, инженер НИО-3 «Нанокатализаторы и функциональные материалы».

Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14б.

Тел.: +7 927 619-67-97

E-mail: nfy94@inbox.ru

**Вакаева Александра Борисовна**, ассистент кафедры «Вычислительные методы механики деформируемого тела».

Адрес: Санкт-Петербургский государственный университет, 199034, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетская набережная, 7–9.

Тел.: +7 921 796-50-60

E-mail: alexandra.vakaeva@gmail.com

**Викарчук Анатолий Алексеевич**, доктор физико-математических наук, профессор, начальник НИО-3 «Нанокатализаторы и функциональные материалы».

Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

Тел.: (8482) 53-93-00

E-mail: fti@tlttsu.ru

**Воеводина Анастасия Анатольевна**, кандидат исторических наук, доцент кафедры философии и филологии.

Адрес: Самарский государственный институт культуры, 443010, Россия, г. Самара, ул. Фрунзе, 167.

Тел.: 8 906 347-04-40

E-mail: avoevodina@list.ru



**Волков Александр Евгеньевич**, доктор физико-математических наук, профессор.

Адрес: Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетский пр-т, 28.

Тел.: 8 911 238-60-19

E-mail: a.volkov@spbu.ru

**Волкова Елена Георгиевна**, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник.

Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.

Тел.: (343) 378-35-27

E-mail: volkova@imp.uran.ru

**Гальченко Нина Константиновна**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник.

Адрес: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, 634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/4.

E-mail: nkgalchenko@gmail.com

**Громов Виктор Евгеньевич**, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий кафедрой естественнонаучных дисциплин имени профессора В.М. Финкеля.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

Тел.: (3843) 46-22-17

E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

**Грызунов Алексей Максимович**, аспирант кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».

Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

Тел.: 8 917 962-75-80

E-mail: GryzunovAleksey@gmail.com

**Грызунова Наталья Николаевна**, кандидат физико-математических наук, доцент, ведущий научный сотрудник НИО-3 «Нанокатализаторы и функциональные материалы».

Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14б.

Тел.: +7 917 134-69-91

E-mail: gryzunova-natalja@yandex.ru

**Евард Маргарита Евгеньевна**, кандидат физико-математических наук, доцент.

Адрес: Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетский пр-т, 28.

Тел.: 8 921 636-24-86

E-mail: evard@math.spbu.ru

**Ибрагимова Ирина Ильдусовна**, магистрант.

Адрес: Уфимский государственный авиационный технический университет, 450000, Россия, г. Уфа, ул. Карла Маркса, 12.

Тел.: 8 927 088-45-75

E-mail: IrenaIbragimova@mail.ru

**Иванов Юрий Федорович**, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник.

Адрес: Институт сильноточной электроники Сибирского отделения Российской академии наук, 634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/3.

Тел.: (3822) 49-17-13

E-mail: yufi55@mail.ru

**Имаев Марсель Фаниревич**, доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник.

Адрес: Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, 450000, Россия, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.

Тел.: (347) 282-37-35

E-mail: marcel@imsp.ru

**Кормышев Василий Евгеньевич**, аспирант.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

Тел.: (3843) 46-35-02.

E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

**Косинов Дмитрий Анатольевич**, кандидат технических наук, докторант.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

Тел.: (3843) 46-35-02.

E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

**Костырко Сергей Алексеевич**, кандидат физико-математических наук, доцент.

Адрес: Санкт-Петербургский государственный университет, 199034, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетская набережная, 7–9.

Тел.: +7 921 406-47-62

E-mail: sergey.kostyrko@gmail.com

**Крылова Светлана Евгеньевна**, кандидат технических наук, доцент кафедры «Материаловедение и технология материалов».

Адрес: Оренбургский государственный университет, 460018, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 13.

Тел.: (3532) 77-66-72

E-mail: krilova27@yandex.ru

**Кузив Елена Михайловна**, кандидат технических наук, доцент кафедры естественнонаучных дисциплин имени профессора В.М. Финкеля.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

Тел.: (3843) 46-22-17

E-mail: ElenaKuziv@yandex.ru

**Лещенко Любовь Александровна**, аспирант.

Адрес: Волгоградский институт управления – филиал РАНХиГС, 400131, Россия, г. Волгоград, ул. Гагарина, 8.

Тел.: 8 961 090-19-90

E-mail: LLA24011@yandex.ru

**Литвинов Антон Викторович**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник.

Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.

Тел.: (343) 378-38-38

E-mail: litvinov@imp.uran.ru

**Лучко Сергей Николаевич**, аспирант.

Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.

Тел.: +7 961 574-88-79

E-mail: serojaluchko@gmail.com

**Майер Галина Геннадьевна**, кандидат физико-математических наук, младший научный сотрудник.

Адрес: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, 634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/4.

Тел.: 8 903 952-15-99

E-mail: galinazg@yandex.ru

**Макаров Алексей Викторович**, доктор технических наук, заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств.

Адрес 1: Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.

Адрес 2: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.

Адрес 3: Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002, Россия, Екатеринбург, ул. Мира, 19.

Тел.: (343) 378-36-40

E-mail: av-mak@yandex.ru

**Малыгина Ирина Юрьевна**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории конструкционного материаловедения.

Адрес: Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.

Тел.: (343) 375-35-78

E-mail: malygina@imach.uran.ru

**Мамаев Александр Сергеевич**, кандидат технических наук, научный сотрудник.

Адрес: Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук, 620016, Россия, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106.

Тел.: (343) 267-88-29

E-mail: asm@ier.uran.ru

**Мельников Евгений Васильевич**, младший научный сотрудник.

Адрес: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, 634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/4.

Тел.: 8 952 809-39-14

E-mail: melnickow-jenya@yandex.ru

**Москвина Валентина Александровна**, магистрант, инженер.

Адрес 1: Национальный исследовательский Томский политехнический университет, 634050, Россия, г. Томск, пр-т Ленина, 30.

Адрес 2: Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, 634055, Россия, г. Томск, Академический пр-т, 2/4.

Тел.: 8 952 895-98-84

E-mail: valya\_moskvina@mail.ru

**Мулюков Радик Рафикович**, доктор физико-математических наук, профессор, директор.

Адрес: Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, 450000, Россия, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.

Тел.: (347) 223-64-07

E-mail: radik@imsp.ru

**Орлов Юрий Николаевич**, кандидат химических наук, доцент кафедры «Химия, химические процессы и технологии».

Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: yury.oyn@yandex.ru

**Осинцева Алевтина Леонтьевна**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник.

Адрес: Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.

Тел.: (343) 375-35-78

E-mail: lkm@imach.uran.ru

**Остапенко Геннадий Иванович**, доктор химических наук, профессор, заведующий кафедрой «Химия, химические процессы и технологии».

Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

Тел.: 8 927 788-44-64

E-mail: gostap@tltsu.ru

**Пилипчук Григорий Петрович**, генеральный директор.

Адрес: АО «Машиностроительный концерн "ОРМЕТО-ЮУМЗ"», 462403, Россия, г. Орск, пр-т Мира, 12.

E-mail: Gen.Director@ormeto-yumz.ru

**Плужникова Татьяна Николаевна**, кандидат физико-математических наук, доцент, доцент кафедры теоретической и экспериментальной физики.

Адрес: Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, 392000, Россия, г. Тамбов, ул. Интернациональная, 33.

Тел.: (4752) 72-34-34

E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

**Приймак Елена Юрьевна**, кандидат технических наук, заведующий лабораторией «Металловедение и термическая обработка».

Адрес: ОАО «Завод бурового оборудования», 460026, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 118.

Тел.: 8 905 897-24-44

E-mail: elena-pijmak@yandex.ru

**Протопопов Евгений Валентинович**, доктор технических наук, профессор кафедры металлургии черных металлов, ректор.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

Тел.: (3843) 46-35-02

E-mail: rector@sibsiu.ru

**Романов Денис Анатольевич**, кандидат технических наук, доцент кафедры естественнонаучных дисциплин имени профессора В.М. Финкеля.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

Тел.: (3843) 46-22-17

E-mail: romanov\_da@physics.sibsiu.ru

**Ромашков Евгений Владимирович**, аспирант кафедры «Материаловедение и технология материалов».

Адрес: Оренбургский государственный университет, 460018, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 13.

Тел.: (3532) 77-66-72

E-mail: evgeniyromashkov@yandex.ru

**Рубаникова Юлия Андреевна**, студент.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

Тел.: (3843) 46-35-02

E-mail: rubannikova96@mail.ru

**Саврай Роман Анатольевич**, кандидат технических наук, заведующий лабораторией конструкционного материаловедения.

Адрес: Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.

Тел.: (343) 375-35-78

E-mail: ras@imach.uran.ru

**Самойлова Галина Викторовна**, аспирант.

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

Тел.: (343) 378-38-79

E-mail: alisova@mail.ru

**Ситников Николай Николаевич**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник.

Адрес: Исследовательский центр имени М.В. Келдыша, 125438, Россия, г. Москва, ул. Онежская, 8.

Тел.: (495) 456-40-62

E-mail: sitnikov\_nikolay@mail.ru

**Соболева Наталья Николаевна**, кандидат технических наук, научный сотрудник лаборатории конструкционного материаловедения.

Адрес 1: Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.

Адрес 2: Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002, Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19.

Тел.: 8 992 010-50-90

E-mail: natashasoboleva@list.ru

**Сорокина Анастасия Александровна**, кандидат филологических наук, старший преподаватель кафедры английской филологии.

Адрес: Национальный исследовательский Мордовский государственный университет им. Н.П. Огарева, 430005, Россия, г. Саранск, ул. Большевикская, д. 68.

Тел.: (8342) 47-29-13

E-mail: zonaan@mail.ru

**Степанчукова Анна Викторовна**, аспирант, инженер-металловед лаборатории «Металловедение и термическая обработка».

Адрес: ОАО «Завод бурового оборудования», 460026, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 118.

Тел.: 8 905 842-12-11

E-mail: annastep56@zbo.ru

**Терещенко Наталья Адольфовна**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник.

Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.

Тел.: (343) 378-36-34

E-mail: labmet@imp.uran.ru

**Трякина Надежда Юрьевна**, кандидат технических наук, инженер 1-й категории.

Адрес: ООО «Газпром трансгаз Екатеринбург», 620000, Россия, г. Екатеринбург, ул. Клары Цеткин, 14.

Тел.: +7 912 621-54-68

E-mail: nadiamtm@yandex.ru

**Федоров Виктор Александрович**, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры теоретической и экспериментальной физики, заслуженный деятель науки РФ.

Адрес: Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, 392000, Россия, г. Тамбов, ул. Интернациональная, 33.

Тел.: (4752) 72-34-34

E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

**Федотов Дмитрий Юрьевич**, ассистент кафедры теоретической и экспериментальной физики.

Адрес: Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, 392000, Россия, г. Тамбов, ул. Интернациональная, 33.

Тел.: (4752) 72-34-34

E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

**Фортуна Анастасия Сергеевна**, студент.

Адрес: Национальный исследовательский Томский политехнический университет, 634050, Россия, г. Томск, пр-т Ленина, 30.

Тел.: 8 913 841-68-12

E-mail: anastasya\_fortuna@mail.ru

**Фот Андрей Петрович**, доктор технических наук, главный ученый секретарь.

Адрес: Оренбургский государственный университет, 460018, Россия, г. Оренбург, пр-т Победы, 13.

Тел.: (3532) 37-59-89

E-mail: fot@mail.osu.ru

**Хабибуллина Ирина Александровна**, инженер 3-й категории.

Адрес: Исследовательский центр имени М.В. Келдыша, 125438, Россия, г. Москва, ул. Онежская, 8.

Тел.: (495) 456-64-12

E-mail: irina-zaletova@mail.ru

**Хазгалиев Руслан Галиевич**, магистр техники и технологии, младший научный сотрудник.

Адрес: Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, 450000, Россия, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.

Тел.: 8 927 943-79-47

E-mail: sloth-usatu@mail.ru

**Чирков Евгений Юрьевич**, кандидат технических наук, специалист II уровня по разрушающему контролю лаборатории «Надежность».

Адрес: АНО «Технопарк ОГУ», 460026, г. Оренбург, пр-т Победы 13

E-mail: chirkov\_jenya@mail.ru

**Шеляков Александр Васильевич**, кандидат физико-математических наук, доцент.

Адреса: Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», 115409, Россия, г. Москва, Каширское шоссе, 31.

Тел.: (495) 788-56-99

E-mail: alex-shel@mail.ru

**Шувалов Глеб Михайлович**, аспирант.

Адрес: Санкт-Петербургский государственный университет, 199034, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетская набережная, 7–9.

Тел.: +7 921 387 58-63

E-mail: shuvalov.gleb@gmail.com

**Яковлев Алексей Владимирович**, кандидат физико-математических наук, доцент, доцент кафедры педагогики и образовательных технологий.

Адрес: Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, 392000, Россия, г. Тамбов, ул. Интернациональная, 33.

Тел.: (4752) 72-34-34

E-mail: DAK-83@mail.ru

**Яковлева Ирина Леонидовна**, доктор технических наук, главный научный сотрудник.

Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620990, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.

Тел.: (343) 378-36-34

E-mail: labmet@imp.uran.ru

**Япарова Елизавета Николаевна**, аспирант.

Адрес: Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетский пр-т, 28.

Тел.: 8 981 707-81-93

E-mail: egunyauve@mail.ru

---

## OUR AUTHORS

**Andreiushkina Tatiana Nikolaevna**, Doctor of Sciences (Philology), Associate Professor, professor of Chair “Theory and Practice of Translation”.

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.

Tel.: (8482) 53-93-60

E-mail: andr8757@mail.ru

**Astafurova Elena Gennadievna**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, leading researcher.

Address: Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospect, 2/4.

Tel.: 8 903 913-23-39

E-mail: elena.g.astafurova@gmail.com

**Atamashkin Artem Sergeevich**, postgraduate student.

Address: Orenburg State University, 460018, Russia, Orenburg, Prospect Pobedy, 13.

Tel.: +7 922 866-97-65

E-mail: atamashkin2017@yandex.ru

**Bataev Vladimir Andreevich**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of Chair of Material Science in Mechanical Engineering.

Address: Novosibirsk State Technical University, 630073, Russia, Novosibirsk, Karl Marks Prospect, 20.

Tel.: (383) 346-06-12

E-mail: bataev@corp.nstu.ru

**Belova Yuliya Yurievna**, PhD (Sociology), assistant professor of Chair of social sciences and technologies, doctoral candidate of Chair of Sociology.

Address 1: Volga State University of Technology, 424000, Russia, Yoshkar-Ola, Lenin Square, 3.

Address 2: Ogarev Mordovia State University, 430005, Russia, Saransk, Bolshevistskaya Street, 68.

Tel.: (8362) 68-60-35

E-mail: juliya01@mail.ru

**Berezner Arseniy Dmitrievich**, postgraduate student of Chair of Theoretical and Experimental Physics.

Address: Tambov State University named after G.R. Derzhavin, 392000, Russia, Tambov, Internatsionalnaya Street, 33.

Tel.: (4752) 72-34-34

E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

**Borgardt Tatyana Aleksandrovna**, engineer of research unit NIO-3 “Nanocatalysts and functional materials”.

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14b.

Tel.: +7 927 619-67-97

E-mail: nfy94@inbox.ru

**Chirkov Evgeniy Yurievich**, PhD (Engineering), level II destructive testing specialist of Laboratory “Reliability”.

Address: ANO “Technopark of OSU”, 460026, Russia, Orenburg, Prospect Pobedy, 13.

E-mail: chirkov\_jenya@mail.ru

**Evard Margarita Evgenievna**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor.

Address: Saint Petersburg State University, 198504, Russia, St. Petersburg, Universitetsky Prospect, 28.

Tel.: 8 921 636-24-86

E-mail: evard@math.spbu.ru

**Fedorov Viktor Aleksandrovich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, professor of Chair of Theoretical and Experimental Physics, Honored master of sciences.

Address: Tambov State University named after G.R. Derzhavin, 392000, Russia, Tambov, Internatsionalnaya Street, 33.

Tel.: (4752) 72-34-34

E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

**Fedotov Dmitriy Yurievich**, assistant of Chair of Theoretical and Experimental Physics.

Address: Tambov State University named after G.R. Derzhavin, 392000, Russia, Tambov, Internatsionalnaya Street, 33.

Tel.: (4752) 72-34-34

E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

**Fortuna Anastasiya Sergeevna**, student.

Address: National Research Tomsk Polytechnic University, 634050, Russia, Tomsk, Lenin Prospect, 30.

Tel.: 8 913 841-68-12

E-mail: anastasya\_fortuna@mail.ru

**Fot Andrey Petrovich**, Doctor of Sciences (Engineering), Chief Scientific Secretary.

Address: Orenburg State University, 460018, Russia, Orenburg, Prospect Pobedy, 13.

Tel.: (3532) 37-59-89

E-mail: fot@mail.osu.ru

**Galchenko Nina Konstantinovna**, PhD (Engineering), senior researcher.

Address: Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospect, 2/4.

E-mail: nkgalchenko@gmail.com

**Gromov Viktor Evgenievich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Head of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences.

Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.

Tel.: (3843) 46-22-17

E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

**Gryzunov Aleksey Maksimovich**, postgraduate student of Chair "Nanotechnologies, material science and mechanics".

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.

Tel.: 8 917 962-75-80

E-mail: GryzunovAleksey@gmail.com

**Gryzunova Natalya Nikolaevna**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor, leading researcher of research unit NIO-3 "Nanocatalysts and Functional Materials".

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14b.

Tel.: +7 917 134-69-91

E-mail: gryzunova-natalja@yandex.ru

**Ibragimova Irina Ildusovna**, graduate student.

Address: Ufa State Aviation Technical University, 450000, Russia, Ufa, Karl Marks Street, 12.

Tel.: 8 927 088-45-75

E-mail: Irenalbragimova@mail.ru

**Imaev Marsel Fanirevich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), leading researcher.

Address: Institute of Problems of Superplasticity of Metals of Russian Academy of Sciences, 450000, Russia, Ufa, Stepan Khalturin Street, 39.

Tel.: (347) 282-37-35

E-mail: marcel@imsp.ru

**Ivanov Yuriy Fedorovich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, chief researcher.

Address: Institute of High Current Electronics of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospect, 2/3.

Tel.: (3822) 49-17-13

E-mail: yufi55@mail.ru

**Khabibullina Irina Aleksandrovna**, engineer of 3<sup>rd</sup> category.

Address: M.V. Keldysh Research Center, 125438, Russia, Moscow, Onezhskaya Street, 8.

Tel.: (495) 456-64-12

E-mail: irina-zaletova@mail.ru

**Khazgaliev Ruslan Galievich**, Master of Engineering and Technology, junior researcher.

Address: Institute of Problems of Superplasticity of Metals of Russian Academy of Sciences, 450000, Russia, Ufa, Stepan Khalturin Street, 39.

Tel.: 8 927 943-79-47

E-mail: sloth-usatu@mail.ru



**Kormyshev Vasily Evgenievich**, postgraduate student.

Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.

Tel.: (3843) 46-35-02

E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

**Kosinov Dmitriy Anatolievich**, PhD (Engineering), doctoral candidate.

Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.

Tel.: (3843) 46-35-02

E-mail: gromov@physics.sibsiu.ru

**Kostyrko Sergey Alekseevich**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor.

Address: St. Petersburg State University, 199034, Russia, St. Petersburg, Universitetskaya Naberezhnaya, 7/9.

Tel.: +7 921 406-47-62

E-mail: sergey.kostyrko@gmail.com

**Krylova Svetlana Evgenievna**, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Material science and materials technology”.

Address: Orenburg State University, 460018, Russia, Orenburg, Prospect Pobedy, 13.

Tel.: (3532) 77-66-72

E-mail: krilova27@yandex.ru

**Kuziv Elena Mikhailovna**, PhD (Engineering), assistant professor of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences.

Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.

Tel.: (3843) 46-22-17

E-mail: ElenaKuziv@yandex.ru

**Leshchenko Lubov Aleksandrovna**, postgraduate student.

Address: Volgograd Institute of Management, Branch of RANEPa, 400131, Russia, Volgograd, Gagarin Street, 8.

Tel.: 8 961 090-19-90

E-mail: LLA24011@yandex.ru

**Litvinov Anton Viktorovich**, PhD (Engineering), senior researcher.

Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620990, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskoy Street, 18.

Tel.: (343) 378-38-38

E-mail: litvinov@imp.uran.ru

**Luchko Sergey Nikolaevich**, postgraduate student.

Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620990, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskoy Street, 18.

Tel.: +7 961 574-88-79

E-mail: serojaluchko@gmail.com

**Makarov Aleksey Viktorovich**, Doctor of Sciences (Engineering), Head of Department of Materials Science and Laboratory of Mechanical Properties

Address 1: Institute of Engineering Science of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.

Address 2: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620108, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskoy Street, 18.

Address 3: The First President of Russia B.N. Yeltsin Ural Federal University, 620002, Russia, Yekaterinburg, Mira Street, 19.

Tel.: (343) 378-36-40

E-mail: av-mak@yandex.ru

**Malygina Irina Yurievna**, PhD (Engineering), senior researcher of Laboratory of Constructional Material Science.

Address: Institute of Engineering Science of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.

Tel.: (343) 375-35-78

E-mail: malygina@imach.uran.ru

**Mamaev Aleksandr Sergeevich**, PhD (Engineering), researcher.

Address: Institute of Electrophysics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620016, Russia, Ekaterinburg, Amundsen Street, 106.

Tel.: (343) 267-88-29

E-mail: asm@iep.uran.ru

**Mayer Galina Gennadijevna**, PhD (Physics and Mathematics), junior researcher.

Address: Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospect, 2/4.

Tel.: 8 903 952-15-99

E-mail: galinazg@yandex.ru

**Melnikov Evgeniy Vasilievich**, junior researcher.

Address: Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospect, 2/4.

Tel.: 8 952 809-39-14

E-mail: melnickow-jenya@yandex.ru

**Moskvina Valentina Aleksandrovna**, graduate student, engineer.

Address 1: National Research Tomsk Polytechnic University, 634050, Russia, Tomsk, Lenin Prospect, 30.

Address 2: Institute of Strength Physics and Materials Science of Siberian Branch of Russian Academy of Sciences, 634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospect, 2/4.

Tel.: 8 952 895-98-84

E-mail: valya\_moskvina@mail.ru

**Mulyukov Radik Rafikovich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Director.

Address: Institute of Problems of Superplasticity of Metals of Russian Academy of Sciences, 450000, Russia, Ufa, Stepan Khalturin Street, 39.

Tel.: (347) 223-64-07

E-mail: radik@imsp.ru

**Orlov Yuriy Nikolaevich**, PhD (Chemistry), assistant professor of Chair “Chemistry, chemical processes and technologies”.

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.

E-mail: yury.oyn@yandex.ru

**Osintseva Alevtina Leontievna**, PhD (Engineering), senior researcher.

Address: Institute of Engineering Science of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.

Tel.: (343) 375-35-78

E-mail: lkm@imach.uran.ru

**Ostapenko Gennadiy Ivanovich**, Doctor of Sciences (Chemistry), Professor, Head of Chair “Chemistry, chemical processes and technologies”.

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.

Tel.: 8 927 788-44-64

E-mail: gostap@tltsu.ru

**Pilipchuk Grigoriy Petrovich**, General Director.

Address: JSC “Heavy Engineering ORMETO–YUMZ”, 462403, Russia, Orsk, Prospect Mira, 12.

E-mail: Gen.Director@ormeto-yumz.ru

**Pluzhnikova Tatyana Nikolaevna**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor, assistant professor of Chair of Theoretical and Experimental Physics.

Address: Tambov State University named after G.R. Derzhavin, 392000, Russia, Tambov, Internatsionalnaya Street, 33.

Tel.: (4752) 72-34-34

E-mail: feodorov@tsu.tmb.ru

**Priymak Elena Yurievna**, PhD (Engineering), Head of Laboratory “Metallurgical science and heat treatment”.

Address: Orenburg State University, 460018, Russia, Orenburg, Prospect Pobedy, 13.

Tel.: 8 905 897-24-44

E-mail: e.priymak@zbo.ru

**Protopopov Evgeniy Valentinovich**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor of Chair of Metallurgy of Ferrous Metals, Rector.

Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.

Tel.: (3843) 46-35-02

E-mail: rector@sibsiu.ru

**Romanov Denis Anatolievich**, PhD (Engineering), assistant professor of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Sciences.  
Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.  
Tel.: (3843) 46-22-17  
E-mail: romanov\_da@physics.sibsiu.ru

**Romashkov Evgeniy Vladimirovich**, postgraduate student of Chair “Material science and materials technology”.  
Address: Orenburg State University, 460018, Russia, Orenburg, Prospect Pobedy, 13.  
Tel.: (3532) 77-66-72  
E-mail: evgeniyromashkov@yandex.ru

**Rubannikova Yuliya Andreevna**, student.  
Address: Siberian State Industrial University, 654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.  
Tel.: (3843) 46-35-02  
E-mail: rubannikova96@mail.ru

**Samoylova Galina Viktorovna**, postgraduate student.  
Address: M.M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620108, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskoy Street, 18.  
Tel.: (343) 378-38-79  
E-mail: a.lisova@mail.ru

**Savray Roman Anatolievich**, PhD (Engineering), Head of Laboratory of Constructional Material Science.  
Address: Institute of Engineering Science of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.  
Tel.: (343) 375-35-78  
E-mail: ras@imach.uran.ru

**Shelyakov Aleksandr Vasilievich**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor.  
Address: National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), 115409, Russia, Moscow, Kashirskoe Shosse, 31.  
Tel.: (495) 788-56-99  
E-mail: alex-shel@mail.ru

**Shuvalov Gleb Mikhailovich**, postgraduate student.  
Address: St. Petersburg State University, 199034, Russia, St. Petersburg, Universitetskaya Naberezhnaya, 7/9.  
Tel.: +7 921 387 58-63  
E-mail: shuvalov.gleb@gmail.com

**Sitnikov Nikolay Nikolaevich**, PhD (Engineering), senior researcher.  
Address: M.V. Keldysh Research Center, 125438, Russia, Moscow, Onezhskaya Street, 8.  
Tel.: (495) 456-40-62  
E-mail: sitnikov\_nikolay@mail.ru

**Soboleva Natalya Nikolaevna**, PhD (Engineering), researcher of Laboratory of Constructional Material Science.  
Address 1: Institute of Engineering Science of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.  
Address 2: The First President of Russia B.N. Yeltsin Ural Federal University, 620002, Russia, Yekaterinburg, Mira Street, 19.  
Tel.: 8 992 010-50-90  
E-mail: natashasoboleva@list.ru

**Sorokina Anastasiya Aleksandrovna**, PhD (Philology), senior lecturer of the English Philology Chair.  
Address: Ogarev Mordovia State University, 430005, Russia, Saransk, Bolshevistskaya Street, 68.  
Tel.: (8342) 47-29-13  
E-mail: zanaan@mail.ru

**Stepanchukova Anna Viktorovna**, postgraduate student, engineer-metallurgist of Laboratory “Metallurgical science and heat treatment”.  
Address: ZBO Drill Industries Inc., 460026, Russia, Orenburg, Prospect Pobedy, 118.  
Tel.: 8 905 842-12-11  
E-mail: annastep56@zbo.ru

**Tereshchenko Natalya Adolfovna**, PhD (Engineering), senior researcher.

Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620990, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskoy Street, 18.

Tel.: (343) 378-36-34

E-mail: labmet@imp.uran.ru

**Tryakina Nadezhda Yurievna**, PhD (Engineering), engineer of 1st category.

Address: OOO "Gazprom transgaz Ekaterinburg", 620000, Russia, Yekaterinburg, Klara Tsetkin Street, 14.

Tel.: +7 912 621-54-68

E-mail: nadiamtm@yandex.ru

**Vakaeva Aleksandra Borisovna**, assistant of Chair "Computational Methods in Continuum Mechanics".

Address: St. Petersburg State University, 199034, Russia, St. Petersburg, Universitetskaya Naberezhnaya, 7/9.

Tel.: +7 921 796-50-60

E-mail: alexandra.vakaeva@gmail.com

**Vikarchuk Anatoliy Alekseevich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Head of the Research and Development Department-3 "Nanocatalysts and functional materials".

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.

Tel.: (8482) 53-93-00

E-mail: fti@tlttsu.ru

**Voevodina Anastasiya Anatolievna**, PhD (History), assistant professor of Chair of Philosophy and Philology.

Address: Samara State Institute of Culture, 443010, Russia, Samara, Frunze Street, 167.

Tel.: 8 906 347-04-40

E-mail: avoevodina@list.ru

**Volkov Aleksandr Evgenievich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor.

Address: Saint Petersburg State University, 198504, Russia, St. Petersburg, Universitetsky Prospect, 28.

Tel.: 8 911 238-60-19

E-mail: a.volkov@spbu.ru

**Volkova Elena Georgievna**, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher.

Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620990, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskoy Street, 18.

Tel.: (343) 378-35-27

E-mail: volkova@imp.uran.ru

**Yakovlev Aleksey Vladimirovich**, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor, assistant professor of Chair of Pedagogy and Educational Technologies.

Address: Tambov State University named after G.R. Derzhavin, 392000, Russia, Tambov, Internatsionalnaya Street, 33.

Tel.: (4752) 72-34-34

E-mail: DAK-83@mail.ru

**Yakovleva Irina Leonidovna**, Doctor of Sciences (Engineering), chief researcher.

Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620990, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskoy Street, 18.

Tel.: (343) 378-36-34

E-mail: labmet@imp.uran.ru

**Yaparova Elizaveta Nikolaevna**, postgraduate student.

Address: Saint Petersburg State University, 198504, Russia, St. Petersburg, Universitetsky Prospect, 28.

Tel.: 8 981 707-81-93

E-mail: erunyaue@mail.ru