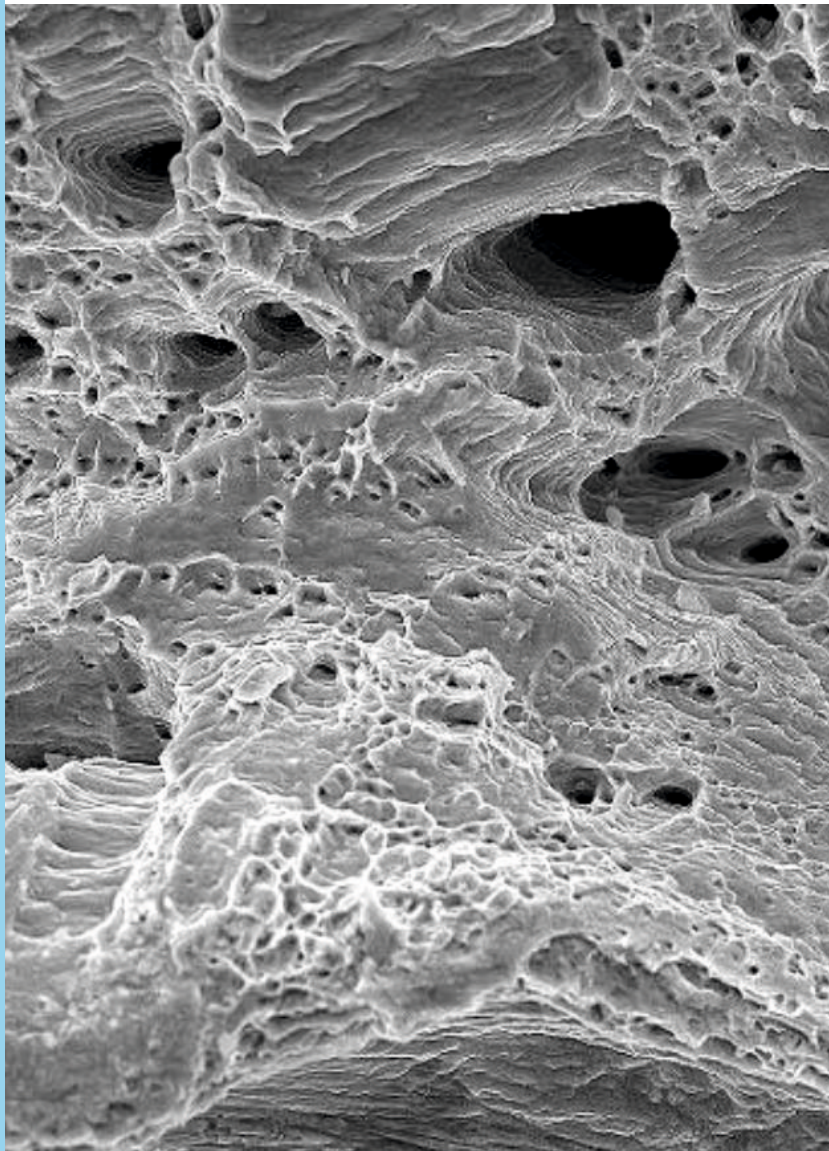


ISSN 2782-4039 (Print)
ISSN 2782-6074 (Online)

Frontier Materials & Technologies



2022
Nº 1

Frontier Materials & Technologies

Основан в 2008 г.

№ 1

2022

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 направлению
«Металлургия и материаловедение»*

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

*Заместитель главного редактора по направлению
«Машиностроение и машиноведение»*

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

*Заместитель главного редактора по направлению
«Сварка, родственные процессы и технологии»*

Ковтунов Александр Иванович, д. т. н., доцент

Редакционная коллегия:

Бочкарев Петр Юрьевич, д. т. н., профессор

Бржозовский Борис Максович, д. т. н., профессор

Виноградов Алексей Юрьевич, д. т. н., к. ф.-м. н., профессор

Гаврюшин Сергей Сергеевич, д. т. н., профессор

Герштейн Грегори, д. т. н.

Глезер Александр Маркович, д. ф.-м. н., профессор

Гречников Федор Васильевич, академик РАН, д. т. н., профессор

Денисенко Александр Федорович, д. т. н., профессор

Казаков Александр Анатольевич, д. т. н., профессор

Карпов Михаил Иванович, член-корреспондент РАН, д. т. н., профессор

Кацман Александр Владимирович, к. ф.-м. н.

Кудря Александр Викторович, д. т. н., профессор

Кузьмин Сергей Викторович, д. т. н., профессор

Ларшин Василий Петрович, д. т. н., профессор

Макаров Алексей Викторович, член-корреспондент РАН, д. т. н.

Максимова Светлана Васильевна, д. т. н.

Мулюков Радик Рафикович, член-корреспондент РАН, д. ф.-м. н., профессор

Наймарк Олег Борисович, д. ф.-м. н., профессор

Носов Николай Васильевич, д. т. н., профессор

Пилинский Александр Вениаминович, к. т. н., доцент

Романов Алексей Евгеньевич, д. ф.-м. н., профессор

Рубаник Василий Васильевич, д. т. н.

Старобинский Рудольф Натанович, д. т. н., профессор

Сундер Рамасуббу, член Индийской академии наук, к. т. н.

Табаков Владимир Петрович, д. т. н., профессор

Худобин Леонид Викторович, д. т. н., профессор

Шишков Владимир Александрович, д. т. н.

Эстрин Юрий Захарович, д. ф.-м. н., профессор

До декабря 2021 года журнал выходил под названием «Вектор науки Тольяттинского государственного университета».

Индексируется в Scopus. Включен в Перечень ВАК, ядро РИНЦ. Доступен в Crossref, Google Scholar.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций (свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-83040 от 31 марта 2022 г.).

Компьютерная верстка:
Н.А. Никитенко

Ответственный/технический редактор:
Н.А. Никитенко

Адрес редакции: 445020, Россия, Самарская область, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14
Тел.: (8482) 44-91-74
E-mail:
vektornaukitgu@yandex.ru

Сайт:
<https://vektornaukitech.ru>

Подписано в печать
31.03.2022.

Выход в свет 20.05.2022.

Формат 60×84 1/8.

Печать цифровая.

Усл. п. л. 12,3.

Тираж 25 экз. Заказ 3-129-22.

Цена свободная.

СВЕДЕНИЯ О ЧЛЕНАХ РЕДКОЛЛЕГИИ

Главный редактор

Кристал Михаил Михайлович, доктор физико-математических наук, профессор, ректор (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Металлургия и материаловедение»

Мерсон Дмитрий Львович, доктор физико-математических наук, профессор, директор Научно-исследовательского института перспективных технологий (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Машиностроение и машиноведение»

Шайкин Александр Петрович, доктор технических наук, профессор кафедры «Энергетические машины и системы управления» (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Заместитель главного редактора по направлению «Сварка, родственные процессы и технологии»

Ковтунов Александр Иванович, доктор технических наук, доцент, профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы» (Тольяттинский государственный университет, Тольятти, Россия).

Редакционная коллегия:

Бочкарев Петр Юрьевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения и прикладная механика» (Камышинский технологический институт (филиал) Волгоградского государственного технического университета, Камышин, Россия), профессор кафедры «Техническое обеспечение АПК» (Саратовский государственный аграрный университет имени Н.И. Вавилова, Саратов, Россия).

Бржозовский Борис Максович, доктор технических наук, профессор (Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия).

Виноградов Алексей Юрьевич, доктор технических наук, кандидат физико-математических наук, профессор кафедры механики и промышленности (Норвежский университет науки и технологии, Тронхейм, Норвегия).

Гаврюшин Сергей Сергеевич, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Компьютерные системы автоматизации производства» (Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет), Москва, Россия).

Герштейн Грегори, доктор технических наук, заведующий лабораторией (Ганноверский университет имени Готфрида Вильгельма Лейбница, Ганновер, Германия).

Глезер Александр Маркович, доктор физико-математических наук, профессор, директор Научного центра металловедения и физики материалов (Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина, Москва, Россия).

Гречников Федор Васильевич, академик РАН, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой обработки металлов давлением (Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара, Россия).

Денисенко Александр Федорович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты» (Самарский государственный технический университет, Самара, Россия).

Казаков Александр Анатольевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Металлургические и литейные технологии», руководитель научно-испытательной лаборатории «Металлургическая экспертиза» (Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, Санкт-Петербург, Россия).

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

Кацман Александр Владимирович, кандидат физико-математических наук, PhD, старший научный сотрудник (Технион – Израильский технологический институт, Хайфа, Израиль).

Кудря Александр Викторович, доктор технических наук, профессор, заместитель заведующего кафедрой металловедения и физики прочности (Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва, Россия).

Кузьмин Сергей Викторович, доктор технических наук, профессор, первый проректор (Волгоградский государственный технический университет, Волгоград, Россия).

Ларшин Василий Петрович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры технологии машиностроения (Одесский национальный политехнический университет, Одесса, Украина).

Макаров Алексей Викторович, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, главный научный сотрудник, заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств (Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург, Россия).

Максимова Светлана Васильевна, доктор технических наук, старший научный сотрудник, заведующий отделом «Физико-химические процессы пайки» (Институт электросварки им. Е.О. Патона Национальной академии наук Украины, Киев, Украина).

Мулюков Радик Рафикович, член-корреспондент РАН, доктор физико-математических наук, профессор, директор (Институт проблем сверхпластичности металлов Российской академии наук, Уфа, Россия).

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

Носов Николай Васильевич, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения, станки и инструменты» (Самарский государственный технический университет, Самара, Россия).

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

Романов Алексей Евгеньевич, доктор физико-математических наук, профессор, профессор факультета наноэлектроники, руководитель Международного научного центра функциональных материалов и устройств оптоэлектроники и электроники (Национальный исследовательский университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия)

Рубаник Василий Васильевич, член-корреспондент Национальной академии наук Беларуси, доктор технических наук, заведующий лабораторией физики металлов (Институт технической акустики Национальной академии наук Беларуси, Витебск, Республика Беларусь).

Старобинский Рудольф Натанович, доктор технических наук, профессор, научный консультант (консалтинг-бюро “Prof. Starobinski. Silencers. Consulting and Engineering”, Гамбург, Германия).

Сундер Рамасуббу, член Индийской академии наук, кандидат технических наук, директор (“BISS (P) Ltd”, Бангалор, Индия).

Табакоев Владимир Петрович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Инновационные технологии в машиностроении» (Ульяновский государственный технический университет, Ульяновск, Россия).

Худобин Леонид Викторович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Инновационные технологии в машиностроении» (Ульяновский государственный технический университет, Ульяновск, Россия).

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

Эстрин Юрий Захарович, доктор физико-математических наук, профессор (Университет им. Монаша, Мельбурн, Австралия).

СОДЕРЖАНИЕ

Моделирование влияния поверхностных дефектов на поведение алюминиевого сплава в условиях циклических нагрузок Алмазова Л.А., Седова О.С.....	7
Влияние химического состава на твердорастворное и деформационное упрочнение монокристаллов ГЦК высокоэнтропийных сплавов Выродова А.В.....	15
Электролитическое получение магниевых покрытий Гнусина А.М., Грызунова Н.Н.....	24
Влияние режима сварки трением с перемешиванием на термическую стабильность сплава АД33 Калиненко А.А., Миронов С.Ю., Высоцкий И.В., Малофеев С.С.....	31
Взаимосвязь параметров электроосаждения и морфологии поверхности никелевых покрытий в присутствии ингибитора роста Матвеева Н.С., Грызунова Н.Н.....	40
Сравнение основных частотно-временных преобразований спектрального анализа сигналов акустической эмиссии Растегаева И.И., Растегаев И.А., Аглетдинов Э.А., Мерсон Д.Л.....	49
Особенности структурообразования переходной зоны в слоистом композиционном материале, полученном сваркой взрывом Розен А.Е., Харина И.Л., Гуденко А.С., Прыщак А.В., Хорин А.В., Батрашов В.М., Гуськов М.С., Розен А.А., Козлов Д.В.....	61
Формирование острой кубической текстуры в лентах-подложках из сплавов (Cu+Ni)-Me (Me=Mo, Mn, Nb) для высокотемпературных сверхпроводников второго поколения Суаридзе Т.Р., Хлебникова Ю.В., Егорова Л.Ю.....	73
Влияние старения на фазовый состав и механические свойства ванадийсодержащей высокоазотистой стали Тумбусова И.А., Майер Г.Г.....	82
Анализ изменения микротвердости, скорости ползучести и морфологии поверхности разрушения титана ВТ1-0, деформируемого в условиях действия постоянного магнитного поля 0,3 Тл Шляров В.В., Загуляев Д.В., Серебрякова А.А.....	91
НАШИ АВТОРЫ.....	101

CONTENT

Simulation of the surface defects influence on the aluminum alloy behaviour under the cyclic load conditions Almazova L.A., Sedova O.S.....	7
The influence of chemical composition on solid solution and strain hardening of single crystals of FCC high-entropy alloys Vyrodova A.V.....	15
Electrolytic production of magnesium coatings Gnusina A.M., Gryzunova N.N.....	24
The influence of friction stir welding conditions on thermal stability of AA6061 alloy Kalinenko A.A., Mironov S.Yu., Vysotskiy I.V., Malopheyev S.S.....	31
The interrelation between the electrodeposition parameters and surface morphology of nickel coatings in the presence of a growth inhibitor Matveeva N.S., Gryzunova N.M.....	40
The comparison of the main time-frequency transformations of spectral analysis of acoustic emission signals Rastegaeva I.I., Rastegaev I.A., Agletdinov E.A., Merson D.L.....	49
Special aspects of structure formation of a transition zone in a layer composite produced by explosion welding Rosen A.E., Kharina I.L., Gudenko A.S., Pryshchak A.V., Khorin A.V., Batrashov V.M., Guskov M.S., Rozen A.A., Kozlov D.V.....	61
Forming an edged cubic texture in band substrates made of (Cu+Ni)–Me (Me=Mo, Mn, Nb) alloys for high-temperature second-generation superconductors Suaridze T.R., Khlebnikova Yu.V., Egorova L.Yu.....	73
The influence of aging on phase composition and mechanical properties of vanadium-alloyed high-nitrogen steel Tumbusova I.A., Maier G.G.....	82
The analysis of changes in microhardness, creep rate, and morphology of the VT1-0 titanium fracture surface deformed under the action of the constant magnetic field of 0.3 T Shlyarov V.V., Zagulyaev D.V., Serebryakova A.A.....	91
OUR AUTHORS.....	101

Моделирование влияния поверхностных дефектов на поведение алюминиевого сплава в условиях циклических нагрузок

© 2022

Алмазова Лиана Алмазовна^{*1}, студент*Седова Ольга Сергеевна*², кандидат физико-математических наук,

доцент кафедры вычислительных методов механики деформируемого тела

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

*E-mail: st080595@student.spbu.ru¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8695-3598>²ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9097-8501>

Поступила в редакцию 04.08.2021

Принята к публикации 15.03.2022

Аннотация: Алюминий и его сплавы, в частности сплав Al–Si–Mg, широко применяются в различных областях промышленности и техники благодаря своим механическим свойствам. При этом дефекты, образующиеся в процессе литья, оказывают пагубное воздействие на поведение рассматриваемого сплава в условиях циклических нагрузок. Поэтому актуальны исследования, направленные на изучение влияния поверхностных дефектов на усталостную прочность материала. В статье представлено численное исследование, основанное на методе конечных элементов, целью которого является оценка влияния взаимодействия дефектов сложной формы на напряжении исследуемого образца алюминиевого сплава Al–Si–Mg. Построенная модель сложного дефекта состоит из основного дефекта полусферической формы и вторичного дефекта на дне основного. Поведение материала при циклических нагрузках описывается моделью Шабоса. Численное решение построено в пакете ANSYS Workbench. Было выдвинуто предположение, что рассматриваемую сложную комбинацию дефектов возможно аппроксимировать эквивалентным упрощенным дефектом. Показано, что максимальные значения напряжения Мизеса для дефектов сложной формы достигаются на месте стыка вторичного дефекта с основным. В случае эквивалентного дефекта максимальные значения наблюдаются на дне дефекта и по краям. Проведена сравнительная оценка погрешности, полученной с использованием эквивалентного дефекта, по сравнению со случаями трех дефектов сложной формы и трех дефектов полусферической формы без дополнительного (вторичного) повреждения. Данная оценка показала, что при сложной форме дефектов модель эквивалентного дефекта дает погрешность в 14,5 %, что на 6,5 % больше, чем в случае полусферических дефектов без вторичных повреждений на дне.

Ключевые слова: алюминиевый сплав; напряженно-деформированное состояние; поверхностный дефект; питтинг; локальная коррозия; взаимодействие дефектов; циклические нагрузки; модель Шабоса; напряжения Мизеса.

Благодарности: Исследования были проведены с использованием вычислительных ресурсов Ресурсного центра «Вычислительный центр СПбГУ».

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Алмазова Л.А., Седова О.С. Моделирование влияния поверхностных дефектов на поведение алюминиевого сплава в условиях циклических нагрузок // Frontier Materials and Technologies. 2022. № 1. С. 7–14. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-7-14.

ВВЕДЕНИЕ

Для прогнозирования образования существенных повреждений в элементах приборов и различных конструкций изучается влияние микроструктуры, микро- и макродефектов, шероховатостей поверхности на поведение материалов. Причинами появления повреждений могут служить как воздействие окружающей среды, так и рабочие нагрузки, возникающие в процессе эксплуатации. Но зачастую дефекты возникают уже на этапе производства деталей.

Даже незначительные повреждения на поверхности и внутри тел могут спровоцировать высокую локальную концентрацию напряжений, вследствие которых рассматриваемые конструкции разрушаются и/или выходят из строя значительно быстрее. Последние десятилетия интенсивно изучалось влияние микродефектов на прочность различных объектов. В частности, проведено множество исследований относительно металлических объектов. В трудах Ю. Мураками была пред-

ставлена модель усталостной прочности материалов с дефектами (метод $\sqrt{\text{area}}$). Согласно данной модели одним из наиболее важных параметров, влияющих на прочность, является размер дефекта. Предложенная Ю. Мураками модель обширно используется для исследования усталостной прочности металлов [1].

Влияние единичных дефектов на напряженно-деформированное состояние тел изучалось во многих исследованиях для поверхностных и внутренних дефектов. Однако очевидно, что реальные материалы могут содержать несколько дефектов, которые, находясь в непосредственной близости, начинают взаимодействовать между собой. В частности, дефекты, вызванные производственной деятельностью, а именно дефекты литья или дефекты сварки, коррозионные повреждения, шероховатость поверхности, микровключения, дислокации, часто бывают близко расположены друг к другу, что приводит к взаимодействию полей напряжений и существенно снижает предел прочности материала [1; 2].

Среди уже имеющихся результатов, полученных в процессе изучения взаимодействия нескольких дефектов, одним из наиболее важных является понятие критического расстояния [1]. Данная концепция говорит о том, что если между двумя дефектами имеется достаточное пространство для того, чтобы можно было поместить еще один дефект, размеры которого совпадают с размерами меньшего из изначально имеющихся дефектов, то максимальный коэффициент концентрации напряжений примерно равен коэффициенту, отвечающему большему дефекту [1; 3].

Причиной возникновения дефектов может служить взаимодействие с окружающей средой, в частности коррозия для металлических объектов. Точечная коррозия (питтинг) представляет собой локализованную коррозию, возникающую на поверхности в основном в местах различных дефектов покрытия, сварочных швов, болтовых соединений или в местах неоднородности сплавов. Питтинговые повреждения зачастую очень сложно обнаружить ввиду их малых размеров и продуктов коррозии, их маскирующих. Кроме того, точечная коррозия является интенсивной формой коррозии, благодаря чему разрушение деталей происходит довольно внезапно и быстро. А так как полное предотвращение образования питтинговых повреждений невозможно, изучение процесса локальной коррозии и его влияния на прочность материалов и конструкций имеет значительную практическую ценность.

В работах [4–6] отмечено, что питтинги на поверхности сталей и алюминиевых сплавов имеют сложную форму, в которой можно условно выделить основной и дополнительный, или вторичный, питтинг на дне основного (рис. 1). Проведенные исследования по моделированию напряженно-деформированного состояния конструкций, содержащих один коррозионный дефект такой сложной формы, показывают, что влияние дополнительного питтинга приводит к значительному росту коэффициента концентрации напряжений [4; 5; 7].

Широкое применение при оценке прочности конструкций, подверженных циклическим нагрузкам, получили модели Ю.Г. Коротких [8; 9], В.С. Бондаря [10] и Ж.-Л. Шабоша [11; 12], которые успели хорошо себя зарекомендовать на широком разнообразии задач и рассматриваемых сплавов. Постепенно развиваются новые, более сложные модели, описывающие пластическое деформирование материалов [13; 14]. Сложными задачами в этой области являются экспериментальное определение констант материалов, а также программная

реализация новых моделей, не содержащая пока в большинстве коммерческих пакетов, таких как ANSYS, Abaqus и др. Метод конечных элементов показал свою эффективность в задачах численной оценки напряженно-деформированного состояния в окрестности коррозионных дефектов на поверхности тел [7; 15] при анализе прочности тел с внутренними дефектами [16; 17]. В работах [18–20] метод конечных элементов успешно использован для расчета напряженно-деформированного состояния материалов с близкорасположенными дефектами.

Отметим, что в ситуациях, когда дефекты расположены в непосредственной близости друг к другу, очень сложно определить фактические размеры и форму повреждений [21; 22]. Благодаря этому являются актуальными исследования, направленные на поиск эквивалентных форм, которые могли бы аппроксимировать подобные сложные совокупности дефектов.

Результаты экспериментов [23] свидетельствуют о том, что чем сложнее форма микропор, содержащихся в образцах литого сплава AS7G06-T6, тем сильнее дефекты влияют на напряженно-деформированное состояние объекта. Аналогичные результаты были получены численными методами для алюминиевых сплавов в работе [24]. Очевидно, что изучать и анализировать подобные дефекты довольно затруднительно. В связи с этим были проведены численные исследования над реальными дефектами литья, в результате которых было установлено, что разница при оценке концентрации напряжения между изучаемыми дефектами реальной формы и «эквивалентными» дефектами упрощенной сферической формы составляет примерно 10 % [23; 25; 26]. Вследствие этого был сделан вывод о возможности аппроксимации реальных дефектов в сплавах сферами тех же размеров.

В работе [20] рассматривается новый подход к изучению напряжения в окрестности нескольких сферических дефектов в алюминиевом сплаве. Авторы исследовали различные варианты расстояний между дефектами и различное расположение дефектов в образце – вдоль оси нагрузки и перпендикулярно ей. Исследование проводилось с использованием метода конечных элементов и применением модели Ж.-Л. Шабоша [11; 12]. В результате было показано, что довольно сложную совокупность дефектов можно аппроксимировать одним «эквивалентным» дефектом более простой формы, который значительно легче исследовать, с сохранением тех же значений напряжений в окрестности этой простой формы [20].

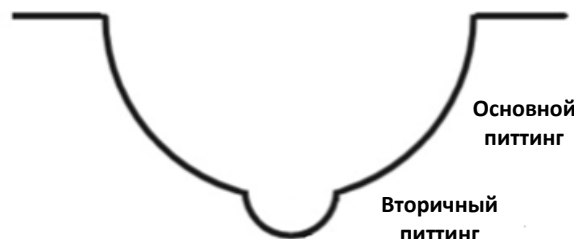


Рис. 1. Модель рассматриваемого сложного дефекта
Fig. 1. The model of a complex-shaped defect under the study

Настоящая работа рассматривает гипотезу, что совокупность дефектов сложной формы, в которой можно условно выделить и вторичный питтинг на дне основного, также можно аппроксимировать более простой формой. С этой целью были построены необходимые геометрии, а для численного анализа использовался метод конечных элементов, реализуемый в пакете ANSYS, поведение материала описывается моделью нелинейного кинематического упрочнения.

Цель работы – оценка разницы значений напряжений в окрестности дефектов сложной формы и эквивалентного дефекта для сплава Al–Si–Mg в условиях циклического нагружения.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Параметры материала

С целью изучения воздействия нескольких дефектов на прочность сплава Al–Si–Mg, был использован AS7G06 с T6 посттермической обработкой. Химический состав данного материала и его основные механические свойства, полученные в исследовании [3], показаны в таблице 1 и таблице 2 соответственно.

Параметры материала заданы в пакете ANSYS Workbench в разделе Engineering Data. Поведение материала описывается моделью Шабоса с комбинированным изотропно-кинематическим упрочнением, реализованной в ANSYS Workbench (Engineering Data Sources → Plasticity → Chaboche kinematic hardening). Константы, характеризующие рассматриваемый сплав AS7G06, необходимые для расчетов с использованием модели Шабоса, приведены в [20]: $C=127,5$ ГПа; $\gamma=1,3$.

Конечно-элементный анализ

Геометрические параметры рассмотренных моделей. Для исследования поставленной задачи использовался пакет программ ANSYS Workbench. Геометрическая модель была построена в пакете ANSYS SpaceClaim. Рассматриваемой элементарной моделью

был взят цилиндр с диаметром 10 мм и высотой 20 мм, соответствующий рабочей части образцов эксперимента. Для иллюстрации эксперимента было построено три основных сферических дефекта, радиусы которых равны $R=0,32$ мм, с дополнительными (вторичными) дефектами на дне, их радиусы $r=0,08$ мм. Дефекты расположены в середине образца вдоль поперечного сечения, т. е. на окружности, расстояние между дефектами 0,1 мм. Иные расположения дефектов относительно друг друга или относительно объекта в целом рассматриваются в ряде других работ [3; 20], где показано, что взаимодействие дефектов наблюдается именно в случае расположения вдоль поперечного сечения. В силу симметрии была построена геометрия $\frac{1}{4}$ от рассматриваемой модели (рис. 2).

В качестве второй геометрии рассмотрен аналогичный цилиндр, моделирующий рабочую часть образца. Однако в данном случае на месте трех сферических дефектов построим один дефект упрощенной формы – «эквивалентный» дефект, а именно многоугольник с длиной, равной $6R$, шириной $2R$ и высотой $2R+r$, где R – радиус «больших» дефектов; r – радиус вторичных повреждений. Предполагаемый эквивалентный дефект также имеет закругление края с радиусом, равным $0,1R$, для того чтобы избежать высоких концентраций напряжений.

Граничные условия. На рассматриваемые геометрические модели с тремя дефектами сложной формы и одним эквивалентным дефектом наложены следующие граничные условия (рис. 3):

- на поперечное сечение образца, соответствующее границе рабочей части образца, действует сила σ , соответствующая амплитуде в циклических испытаниях;
- на плоскостях сечения, ограничивающих рассматриваемую $\frac{1}{4}$ образца, действует условие симметрии.

Использованные значения приложенной силы σ приведены в таблице 3.

Построение конечно-элементной сетки. Для решения задачи методом конечных элементов рассмотренные геометрические модели были разбиты на элементы. В работе использовалась сетка, состоящая из тетраэдров, построенная по принципу первичного

Таблица 1. Химический состав AS7G06
Table 1. Chemical composition of AS7G06

Элемент	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Ni	Zn	Pb	Ti
%	7,00	0,56	0,097	<0,015	<0,03	<0,01	<0,01	<0,003	0,13

Таблица 2. Механические свойства AS7G06
Table 2. Mechanical properties of AS7G06

E (модуль Юнга), ГПа	R_{02} (предел упругости), МПа	R_m (предел прочности), МПа	коэффициент Пуассона ν , %
73	275	335	0,33

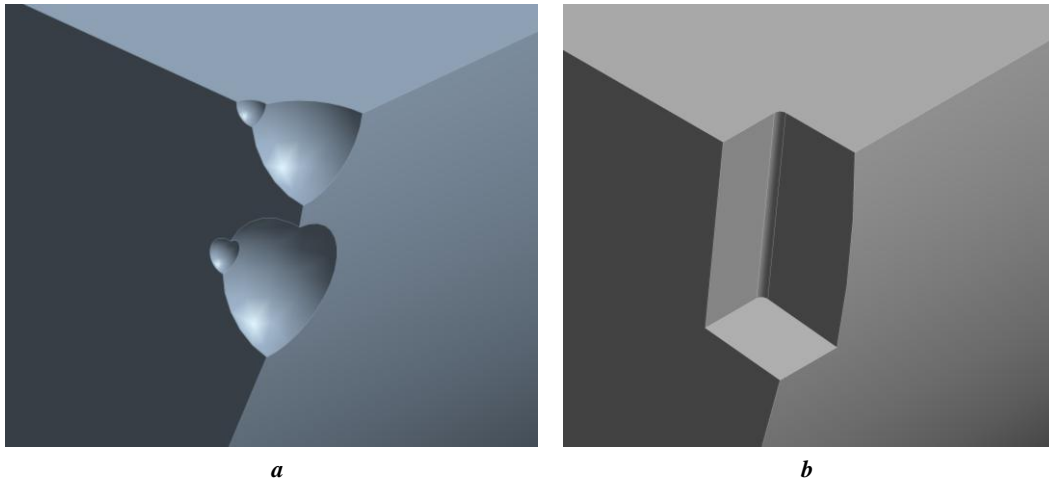


Рис. 2. Построенные модели с полусферическими дефектами, на дне которых вторичные дефекты (а), и предполагаемым эквивалентным дефектом (b)
Fig. 2. The developed models with hemispherical defects, which have secondary defects (a) at their bottoms, and the suspected equivalent defect (b)

Таблица 3. Максимальные значения напряжений при различных уровнях номинально приложенных напряжений σ , МПа
Table 3. Peak stresses at different levels of nominally applied stresses σ , MPa

Уровень напряжений, МПа	60	65	70	75	80	85
Три полусферических дефекта	220,0	238,3	256,6	274,9	293,2	288,2
Эквивалентный дефект	252,1	273,1	271,4	281,7	297,4	313,2

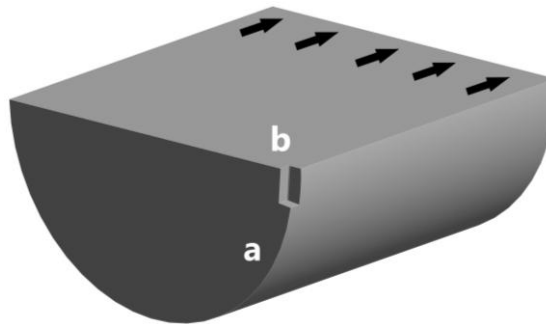


Рис. 3. Геометрическая модель с дефектом эквивалентной формы.
 a, b – плоскости с условием симметрии, стрелки показывают плоскость приложения и направление силы
Fig. 3. A geometrical model with the equivalent-form defect:
 a, b – the planes with the symmetry condition; arrows indicate the plane of force application and direction

разбиения на конечные элементы поверхностей тела и последующего разбиения объема, базирующегося на построенной ранее поверхностной сетке. Данный метод является более надежным для специфики нашей геометрии, в частности, он имеет высокое качество построения, т. е. в нем отсутствуют проблемные зоны, которые являются следствием некорректного построения в случае мелких деталей. При этом так как окрестность дефектов является вероятным местом concentra-

ции напряжений, к поверхности дефектов, в том числе и в форме многоугольника, и питтинговых повреждений, дополнительно был применен метод задания размера элемента на поверхности, позволяющий задать мелкую сетку в указанных областях.

Для оценки сходимости решения были проведены расчеты с несколькими разными сетками. Погрешность составила 3 %. Использованная сетка конечных элементов приведена на рис. 4.

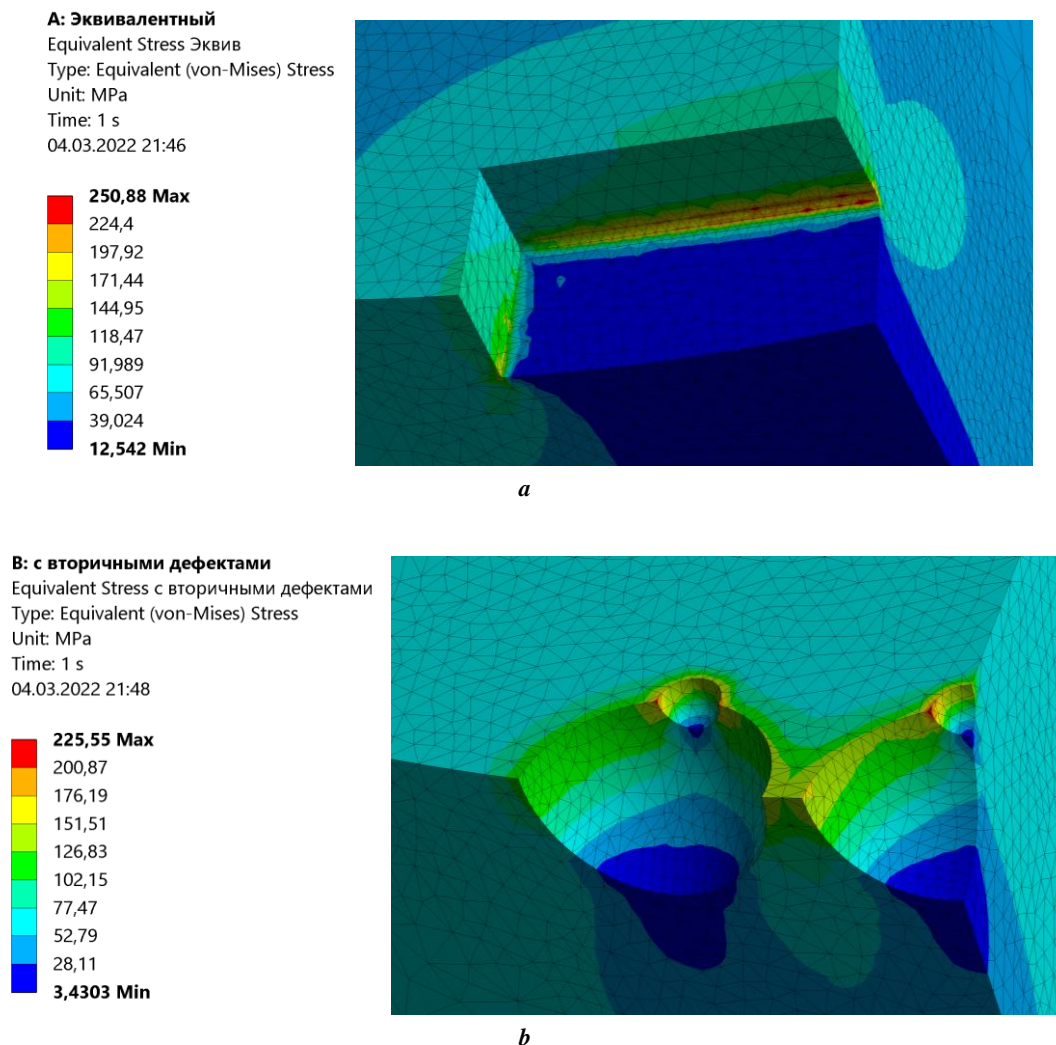


Рис. 4. Распределение напряжений на рассматриваемых моделях:
a – в окрестности эквивалентного дефекта; **b** – в окрестности кластера дефектов сложной формы
Fig. 4. Stress distribution in treated models:
a – in the vicinity of an equivalent defect; **b** – in the vicinity of a cluster of the complex-shaped defects

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В ходе исследования были построены распределения напряжений Мизеса для геометрии с тремя дефектами сложной формы и геометрии с одним эквивалентным дефектом. Для каждой рассмотренной модели были проведены расчеты при различных уровнях приложения номинальных напряжений σ . Полученные при расчетах максимальные значения напряжения Мизеса для рассмотренных геометрических моделей и значений нагрузки приведены в таблице 3.

На рис. 4 изображены распределения напряжений для исследуемых геометрий.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Из полученных результатов можно сделать вывод, что для дефектов более сложной формы, в частности полусферических дефектов, на дне которых присутствуют вторичные повреждения, модель эквивалентного дефекта, описанная в [20], дает максимальную погреш-

ность в 14,5 %. Увеличение значения погрешности по сравнению с погрешностью, полученной в работе [20], в которой исследовались полусферические дефекты без вторичных дефектов на дне, можно объяснить тем, что вторичные питтинги на дне основных дефектов приводят к большему увеличению значения напряжения, чем увеличение глубины в эквивалентном дефекте. Это подтверждается тем фактом, что напряжения, получаемые для геометрии с вторичными повреждениями, значительно больше, чем для полусферических дефектов, рассматриваемых в [20].

Изображения распределения напряжений для исследуемых геометрий (рис. 4) наглядно показывают, что в случае трех полусферических дефектов сложной формы максимальное значение напряжения Мизеса возникает на стыке вторичного дефекта с основным. При этом в пространстве между основными дефектами также наблюдаются высокие напряжения, хотя значения их ниже, чем максимальное на стыке вторичного и основного дефекта. Отметим, что исследования [19; 20], в которых были рассмотрены дефекты эллиптической

или сферической формы без вторичных дефектов, показали, что при взаимодействии дефектов простой формы максимальные значения напряжений достигаются в месте острых краев между дефектами. Таким образом, наше исследование случая трех дефектов сложной формы показывает, что наличие вторичных дефектов на дне основных приводит к качественно другой картине распределения напряжений по сравнению со случаем дефектов простой формы. В случае же с эквивалентным дефектом максимальное напряжение зафиксировано на дне дефекта и его углах, что соответствует результатам, полученным в [20].

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Полученные напряжения для случая поверхностных дефектов сложной формы выше, чем для аналогичных полусферических дефектов без дополнительного дефекта на дне.

Показано, что разница максимальных значений напряжений в окрестности трех дефектов сложной формы и эквивалентного дефекта достигает 14,5 %, что существенно выше, чем погрешность в случае полусферических дефектов без дополнительного дефекта на дне.

Максимальное значение напряжения Мизеса возникает на стыке вторичного дефекта с основным. При этом в пространстве между основными дефектами также наблюдаются высокие напряжения, хотя значения их ниже, чем максимальное на стыке вторичного и основного дефекта.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Murakami Y. Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions. Chennai: Academic Press, 2019. 734 p. DOI: [10.1016/C2016-0-05272-5](https://doi.org/10.1016/C2016-0-05272-5).
- Leitner M., Murakami Y., Farajian M., Remes H., Stoschka M. Fatigue Strength Assessment of Welded Mild Steel Joints Containing Bulk Imperfections // Metals. 2018. Vol. 8. № 5. Article number 306. DOI: [10.3390/met8050306](https://doi.org/10.3390/met8050306).
- Mu P., Nadot Y., Serrano-Munoz I., Chabod A. Influence of complex defect on cast AS7G06-T6 under multiaxial fatigue loading // Engineering Fracture Mechanics. 2014. Vol. 123. P. 148–162. DOI: [10.1016/j.engfracmech.2014.02.012](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2014.02.012).
- Cerit M., Genel K., Eksi S. Numerical investigation on stress concentration of corrosion pit // Engineering failure analysis. 2009. Vol. 16. № 7. P. 2467–2472. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2009.04.004](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2009.04.004).
- Zhao W., Huang Y.F., Ye X.B., Hu B.R., Liu J.Z., Chen L.J. Correlation between the Geometric Parameters of Corrosion Pit and Stress Concentration Factor // Applied Mechanics and Materials. 2013. Vol. 327. P. 156–160. DOI: [10.4028/www.scientific.net/AMM.327.156](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.327.156).
- Genel K., Demirkol M., Gülmez T. Corrosion fatigue behaviour of ion nitrided AISI 4140 steel // Materials Science and Engineering A. 2000. Vol. 288. № 1. P. 91–100. DOI: [10.1016/S0921-5093\(00\)00835-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00835-2).
- Cerit M. Corrosion pit-induced stress concentration in spherical pressure vessel // Thin-Walled Structures. 2019. Vol. 136. P. 106–112. DOI: [10.1016/j.tws.2018.12.014](https://doi.org/10.1016/j.tws.2018.12.014).
- Митенков Ф.М., Волков И.А., Игумнов Л.А., Каплиенко А.В., Коротких Ю.Г., Панов В.А. Прикладная теория пластичности. М.: Физматлит, 2015. 282 с.
- Волков И.А., Игумнов Л.А., Коротких Ю.Г. Прикладная теория вязкопластичности. Н. Новгород: Нижегородский университет имени Н.И. Лобачевского, 2015. 318 с.
- Бондарь В.С., Даншин В.В., Кандратенко А.А. Вариант теории термовязкопластичности // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. 2016. № 1. С. 39–56. DOI: [10.15593/perm.mech/2016.1.03](https://doi.org/10.15593/perm.mech/2016.1.03).
- Chaboche J.L. A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories // International Journal of Plasticity. 2008. Vol. 24. № 10. P. 1642–1692. DOI: [10.1016/j.ijplas.2008.03.009](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2008.03.009).
- Chaboche J.L., Kanouté P., Azzouz F. Cyclic inelastic constitutive equations and their impact on the fatigue life predictions // International Journal of Plasticity. 2012. Vol. 35. P. 44–66. DOI: [10.1016/j.ijplas.2012.01.010](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2012.01.010).
- Бондарь В.С., Абашев Д.Р. Некоторые особенности процессов монотонных и циклических нагружений. Эксперимент и моделирование // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. 2019. № 2. С. 25–34. DOI: [10.15593/perm.mech/2019.2.03](https://doi.org/10.15593/perm.mech/2019.2.03).
- Горохов В.А. Развитие модели пластичности с комбинированным упрочнением для исследования процессов деформирования конструкционных материалов при различных режимах малоцикловых нагружений // Проблемы прочности и пластичности. 2018. Т. 80. № 2. С. 180–193. DOI: [10.32326/1814-9146-2018-80-2-180-193](https://doi.org/10.32326/1814-9146-2018-80-2-180-193).
- Седова О.С., Хакназарова Л.А. Расчет напряжений в толстостенном сферическом элементе с наружной выемкой // Процессы управления и устойчивость. 2014. Т. 1. № 1. С. 212–217. DOI: [10.18323/2073-5073-2020-2-68-73](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2020-2-68-73).
- Vakaeva A.B., Krasnitckii S.A., Smirnov A.M., Grekov M.A., Gutkin M.Y. Stress concentration and distribution at triple junction pores of three-fold symmetry in ceramics // Reviews on Advanced Materials Science. 2018. Vol. 57. № 1. P. 63–71. DOI: [10.1515/rams-2018-0048](https://doi.org/10.1515/rams-2018-0048).
- 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.
- Åman M., Berntsson K., Marquis G. An efficient stress intensity factor evaluation method for intersecting arbitrary shaped 3D cracks // Theoretical and Applied Fracture Mechanics. 2020. Vol. 109. Article number 102767. DOI: [10.1016/j.tafmec.2020.102767](https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102767).
- Okulova D.D., Sedova O.S., Pronina Y.G. The Effect of Surface Defects Interaction on the Strength of a Pressurised Spherical Shell // Procedia Structural Integrity. 2021. Vol. 33. № C. P. 1055–1064. DOI: [10.1016/j.prostr.2021.10.117](https://doi.org/10.1016/j.prostr.2021.10.117).

20. Ben Ahmed A., Houria M.I., Fathallah R., Sidhom H. The effect of interacting defects on the HCF behavior of Al-Si-Mg aluminum alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Vol. 779. P. 618–629. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.11.282](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.282).
21. Yamashita Y., Murakami T., Mihara R., Okada M., Murakami Y. Defect analysis and fatigue design basis for Ni-based Superalloy 718 manufactured by selective laser melting // *International Journal of Fatigue*. 2018. Vol. 117. P. 485–495. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2018.08.002](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.08.002).
22. Beretta S., Romano S. A comparison of fatigue strength sensitivity to defects for materials manufactured by AM or traditional processes // *International Journal of Fatigue*. 2017. Vol. 94. P. 178–191. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2016.06.020](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.06.020).
23. Le V.D., Saintier N., Morel F., Bellett D., Osmond P. Investigation of the effect of porosity on the high cycle fatigue behaviour of cast Al-Si alloy by X-ray microtomography // *International Journal of Fatigue*. 2018. Vol. 106. P. 24–37. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2017.09.012](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.09.012).
24. Ben Ahmed A., Nasr A., Bahloul A., Fathallah R. The impact of defect morphology, defect size, and SDAS on the HCF response of A356-T6 alloy // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2017. Vol. 92. № 1. P. 1113–1125. DOI: [10.1007/s00170-017-0192-6](https://doi.org/10.1007/s00170-017-0192-6).
25. Serrano-Munoz I., Buffiere J.Y., Mokso R., Verdu C., Nadot Y. Location, location & size: defects close to surfaces dominate fatigue crack initiation // *Scientific Reports*. 2017. Vol. 7. Article number 45239. DOI: [10.1038/srep45239](https://doi.org/10.1038/srep45239).
26. Luetje M., Wicke M., Bacaicoa I., Brueckner-Foit A., Geisert A., Fehlbier M. 3D characterization of fatigue damage mechanisms in a cast aluminum alloy using X-ray tomography // *International Journal of Fatigue*. 2017. Vol. 103. P. 363–370. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2017.06.020](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.06.020).
- REFERENCES**
1. Murakami Y. *Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*. Chennai, Academic Press Publ., 2019. 734 p. DOI: [10.1016/C2016-0-05272-5](https://doi.org/10.1016/C2016-0-05272-5).
2. Leitner M., Murakami Y., Farajian M., Remes H., Stoschka M. Fatigue Strength Assessment of Welded Mild Steel Joints Containing Bulk Imperfections. *Metals*, 2018, vol. 8, no. 5, article number 306. DOI: [10.3390/met8050306](https://doi.org/10.3390/met8050306).
3. Mu P., Nadot Y., Serrano-Munoz I., Chabod A. Influence of complex defect on cast AS7G06-T6 under multiaxial fatigue loading. *Engineering Fracture Mechanics*, 2014, vol. 123, pp. 148–162. DOI: [10.1016/j.engfracmech.2014.02.012](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2014.02.012).
4. Cerit M., Genel K., Eksi S. Numerical investigation on stress concentration of corrosion pit. *Engineering failure analysis*, 2009, vol. 16, no. 7, pp. 2467–2472. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2009.04.004](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2009.04.004).
5. Zhao W., Huang Y.F., Ye X.B., Hu B.R., Liu J.Z., Chen L.J. Correlation between the Geometric Parameters of Corrosion Pit and Stress Concentration Factor. *Applied Mechanics and Materials*, 2013, vol. 327, pp. 156–160. DOI: [10.4028/www.scientific.net/AMM.327.156](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMM.327.156).
6. Genel K., Demirkol M., Gülmez T. Corrosion fatigue behaviour of ion nitrided AISI 4140 steel. *Materials Science and Engineering A*, 2000, vol. 288, no. 1, pp. 91–100. DOI: [10.1016/S0921-5093\(00\)00835-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00835-2).
7. Cerit M. Corrosion pit-induced stress concentration in spherical pressure vessel. *Thin-Walled Structures*, 2019, vol. 136, pp. 106–112. DOI: [10.1016/j.tws.2018.12.014](https://doi.org/10.1016/j.tws.2018.12.014).
8. Mitenkov F.M., Volkov I.A., Igumnov L.A., Kaplienko A.V., Korotkikh Yu.G., Panov V.A. *Prikladnaya teoriya plastichnosti* [Applied theory of plasticity]. Moscow, Fizmatlit Publ., 2015. 282 p.
9. Volkov I.A., Igumnov L.A., Korotkikh Yu.G. *Prikladnaya teoriya vyazkoplastichnosti* [Applied Theory of Viscoplasticity]. Nizhniy Novgorod, Nizhnegorodskiy universitet imeni N.I. Lobachevskogo Publ., 2015. 318 p.
10. Bondar V.S., Danshin V.V., Kandratenko A.A. Variant of thermoviscoplasticity theory. *Vestnik Permskogo natsionalnogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mekhanika*, 2016, no. 1, pp. 39–56. DOI: [10.15593/perm.mech/2016.1.03](https://doi.org/10.15593/perm.mech/2016.1.03).
11. Chaboche J.L. A review of some plasticity and viscoplasticity constitutive theories. *International Journal of Plasticity*, 2008, vol. 24, no. 10, pp. 1642–1692. DOI: [10.1016/j.ijplas.2008.03.009](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2008.03.009).
12. Chaboche J.L., Kanouté P., Azzouz F. Cyclic inelastic constitutive equations and their impact on the fatigue life predictions. *International Journal of Plasticity*, 2012, vol. 35, pp. 44–66. DOI: [10.1016/j.ijplas.2012.01.010](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2012.01.010).
13. Bondar V.S., Abashev D.R. Some features of monotonic and cyclic loadings. Experiment and modeling. *Vestnik Permskogo natsionalnogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mekhanika*, 2019, no. 2, pp. 25–34. DOI: [10.15593/perm.mech/2019.2.03](https://doi.org/10.15593/perm.mech/2019.2.03).
14. Gorokhov V.A. Developing a plasticity model with combined hardening for studying deformation processes in structural materials under various low-cycle loading modes. *Problemy prochnosti i plastichnosti*, 2018, vol. 80, no. 2, pp. 180–193. DOI: [10.32326/1814-9146-2018-80-2-180-193](https://doi.org/10.32326/1814-9146-2018-80-2-180-193).
15. Sedova O.S., Khaknazarova L.A. Stress analysis of a notched thick spherical member. *Protsessy upravleniya i ustoychivost*, 2014, vol. 1, no. 1, pp. 212–217. DOI: [10.18323/2073-5073-2020-2-68-73](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2020-2-68-73).
16. Vakaeva A.B., Krasnitckii S.A., Smirnov A.M., Grekov M.A., Gutkin M.Y. Stress concentration and distribution at triple junction pores of three-fold symmetry in ceramics. *Reviews on Advanced Materials Science*, 2018, vol. 57, no. 1, pp. 63–71. DOI: [10.1515/rams-2018-0048](https://doi.org/10.1515/rams-2018-0048).
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. Åman M., Berntsson K., Marquis G. An efficient stress intensity factor evaluation method for interacting arbitrary shaped 3D cracks. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 2020, vol. 109, article number 102767. DOI: [10.1016/j.tafmec.2020.102767](https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2020.102767).

19. Okulova D.D., Sedova O.S., Pronina Y.G. The Effect of Surface Defects Interaction on the Strength of a Pressurised Spherical Shell. *Procedia Structural Integrity*, 2021, vol. 33, no. C, pp. 1055–1064. DOI: [10.1016/j.prostr.2021.10.117](https://doi.org/10.1016/j.prostr.2021.10.117).
20. Ben Ahmed A., Houria M.I., Fathallah R., Sidhom H. The effect of interacting defects on the HCF behavior of Al-Si-Mg aluminum alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 779, pp. 618–629. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.11.282](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.11.282).
21. Yamashita Y., Murakami T., Mihara R., Okada M., Murakami Y. Defect analysis and fatigue design basis for Ni-based Superalloy 718 manufactured by selective laser melting. *International Journal of Fatigue*, 2018, vol. 117, pp. 485–495. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2018.08.002](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.08.002).
22. Beretta S., Romano S. A comparison of fatigue strength sensitivity to defects for materials manufactured by AM or traditional processes. *International Journal of Fatigue*, 2017, vol. 94, pp. 178–191. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2016.06.020](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2016.06.020).
23. Le V.D., Saintier N., Morel F., Bellett D., Osmond P. Investigation of the effect of porosity on the high cycle fatigue behaviour of cast Al-Si alloy by X-ray microtomography. *International Journal of Fatigue*, 2018, vol. 106, pp. 24–37. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2017.09.012](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.09.012).
24. Ben Ahmed A., Nasr A., Bahloul A., Fathallah R. The impact of defect morphology, defect size, and SDAS on the HCF response of A356-T6 alloy. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2017, vol. 92, no. 1, pp. 1113–1125. DOI: [10.1007/s00170-017-0192-6](https://doi.org/10.1007/s00170-017-0192-6).
25. Serrano-Munoz I., Buffiere J.Y., Mokso R., Verdu C., Nadot Y. Location, location & size: defects close to surfaces dominate fatigue crack initiation. *Scientific Reports*, 2017, vol. 7, article number 45239. DOI: [10.1038/srep45239](https://doi.org/10.1038/srep45239).
26. Luetje M., Wicke M., Bacaicoa I., Brueckner-Foit A., Geisert A., Fehlbier M. 3D characterization of fatigue damage mechanisms in a cast aluminum alloy using X-ray tomography. *International Journal of Fatigue*, 2017, vol. 103, pp. 363–370. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2017.06.020](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.06.020).

Simulation of the surface defects influence on the aluminum alloy behaviour under the cyclic load conditions

© 2022

Liana A. Almazova*¹, student

Olga S. Sedova², PhD (Physics and Mathematics),

assistant professor of Chair of Computer Techniques of Solids Mechanics

Saint Petersburg State University, Saint Petersburg (Russia)

*E-mail: st080595@student.spbu.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8695-3598>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9097-8501>

Received 04.08.2021

Accepted 15.03.2022

Abstract: Aluminum and its alloys, such as the Al–Si–Mg alloy, are widely used in various industrial and engineering fields due to their mechanical properties. In this case, the defects occurring during the casting process adversely affect the behavior of this alloy under cyclic load conditions. Therefore, the study aimed to investigate the surface defect influence on the material's fatigue strength is currently of great importance. The paper presents a numerical investigation based on the finite element method intended to evaluate the effect of the interaction of the complex-shaped defects on the stress of the Al–Si–Mg aluminum alloy. The developed complex-defect model consists of a hemispherical main (base) defect and a secondary defect at the bottom of the main one. The authors use the Chaboche model to describe the material's behavior under the cyclic load conditions. The paper contains the computational solution constructed with the ANSYS Workbench platform. The authors supposed that it is possible to approximate the considered complex defect form by an equivalent simplified defect. The study shows that the maximum von Mises stress values for the complex-shaped defects are achieved at the joint of the secondary defect with the main one. In the case of an equivalent defect, the maximum values are observed at the defect's bottom and on the periphery. The authors comparatively estimated the uncertainty obtained using an equivalent defect and the cases of three complex-shaped defects and three hemispherical defects without additional (secondary) damage. This estimation shows that in the case of a complex-shaped defect, the equivalent defect model has an error of 14.5 %, which is 6.5 % greater than in the case of the hemispherical defects without secondary damages at the bottom.

Keywords: aluminum alloy; stress-strain state; surface defect; pitting corrosion; localized corrosion; interacting defects; cyclic loads; Chaboche model; von Mises stress.

Acknowledgments: The study was carried out using the computational resources of the Resource Center “Computer Center of SPbU”.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Almazova L.A., Sedova O.S. Simulation of the surface defects influence on the aluminum alloy behaviour under the cyclic load conditions. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 7–14. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-1-7-14](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-1-7-14).

Влияние химического состава на твердорастворное и деформационное упрочнение монокристаллов ГЦК высокоэнтропийных сплавов

© 2022

Выродова Анна Вячеславовна, аспирант, младший научный сотрудник
Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск (Россия)

E-mail: wirodowa@mail.ru

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8326-3575>

Поступила в редакцию 15.07.2021

Принята к публикации 26.11.2021

Аннотация: Характерной особенностью высокоэнтропийных сплавов является высокая прочность при сохранении пластичности, износостойкость, коррозионная стойкость, а также вязкость разрушения при криогенных температурах. В настоящее время наиболее изученным высокоэнтропийным соединением является CoCrFeNiMn. Однако его применение ограничено в высокотемпературной области из-за низких значений уровня деформирующих напряжений на пределе текучести при $T > 296$ К. Одним из известных способов повышения прочности материала является добавление атомов замещения большего атомного радиуса, одними из которых являются Al, Ti, Mo. В работе проведен анализ механического поведения монокристаллов ГЦК высокоэнтропийных сплавов CoCrFeNiMn и CoCrFeNiMo (ат. %), ориентированных вдоль [001] направления: исследованы температурная зависимость критических скалывающих напряжений $\tau_{кр}(T)$ в интервале $T = 77–973$ К, тип дислокационной структуры, коэффициент деформационного упрочнения θ_{II} , пластичность и разрушение при $T = 296$ К при деформации растяжением. Показано, что легирование атомами Mo 4 ат. % системы CoCrFeNi (ат. %) приводит к твердорастворному упрочнению, и критические скалывающие напряжения $\tau_{кр}$ увеличиваются во всем исследованном интервале температур. Начало пластической деформации связано со скольжением при всех температурах испытания. При $T = 296$ К в CoCrFeNiMo обнаружена планарная дислокационная структура с плоскими скоплениями дислокаций и дислокационными сетками, тогда как в эквипланном CoCrFeNiMn при данной температуре испытания наблюдается однородное распределение дислокаций в нескольких системах без плоских скоплений. Коэффициент деформационного упрочнения, пластичность, а также уровень напряжений перед разрушением оказываются близкими в [001]-кристаллах высокоэнтропийных сплавов CoCrFeNiMo и CoCrFeNiMn, что определяется развитием деформации скольжения одновременно в нескольких системах. Разрушаются кристаллы при 296 К при одинаковом уровне напряжений вязко.

Ключевые слова: высокоэнтропийные сплавы; твердорастворное упрочнение; скольжение; двойникование; ближний порядок; CoCrFeNiMo; CoCrFeNiMn.

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 19-19-00217.

Автор выражает благодарность своим руководителям – главному научному сотруднику И.В. Киреевой и профессору Ю.И. Чумлякову за помощь в обсуждении полученных результатов.

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Выродова А.В. Влияние химического состава на твердорастворное и деформационное упрочнение монокристаллов ГЦК высокоэнтропийных сплавов // Frontier Materials and Technologies. 2022. № 1. С. 15–23. 10.18323/2782-4039-2022-1-15-23.

ВВЕДЕНИЕ

Сплавы с высокой энтропией смешения стали одной из основных тем исследования в материаловедении в последние годы [1–3]. Данный класс материалов отличается от традиционных сплавов своим сложным многоэлементным составом и называется высокоэнтропийными сплавами (ВЭС). В основе ВЭС лежат не менее 4–5 основных компонентов с концентрацией от 5 до 35 ат. % [4–6]. Такая сложная концепция создания сплавов приводит к формированию простых кубических неупорядоченных систем с высокой симметрией, таких как ГЦК (гранцентрированная кубическая), ОЦК (объемно-центрированная кубическая), ГПУ (гексагональная плотноупакованная), из-за высокой энтропии смешения ΔS_{mix} , которая стабилизирует твердый раствор [7–9]. ГЦК ВЭС обладают рядом преимуществ по

сравнению с известными конструкционными материалами: высокой прочностью при сохранении пластичности на уровне 50–60 % как при высоких температурах испытания (573 К), так и при криогенных (77 К); износостойкостью; вязкостью разрушения [10–12]. Модельным представителем таких соединений является эквипланомный CoCrFeNiMn ВЭС с ГЦК решеткой, впервые представленный Б. Кантором и др. в 2004 году и наиболее детально изученный [13]. Практическое применение данных сплавов затруднено низкими напряжениями на пределе текучести $\sigma_{0,1} \ll G/200$ при температуре выше комнатной из-за сильной температурной зависимости $\sigma_{0,1}(T)$. Известно, что одним из способов повышения напряжений на пределе текучести является легирование атомами замещения с большим атомным радиусом по сравнению с атомами, составляющими основу системы, например атомами Al, Ti, Mo [14–16].

Химический состав сплава влияет на величину энергии дефекта упаковки (ДУ) γ_0 и уровень деформирующих напряжений на пределе текучести $\sigma_{0,1}$. Эти атомы приводят не только к твердорастворному, но и к дисперсионному упрочнению из-за способности образовывать интерметаллические фазы с элементами Co, Cr, Fe, Mo [12; 13; 17].

Твердорастворное и дисперсионное упрочнение оказывают влияние на тип развивающейся дислокационной структуры (ячеистый и планарный) и механизм деформации (скольжение и двойникование), которые, в свою очередь, определяют деформационное упрочнение и пластичность этих сплавов. Твердорастворное упрочнение атомами Al, Ti разной атомной концентрации было исследовано преимущественно на поликристаллах ВЭС [12–14]. На монокристаллах ГЦК ВЭС CoCrFeNi исследовано твердорастворное и дисперсионное упрочнение при легировании атомами Al и Ti на механическое поведение, дислокационную структуру и механизм деформации. Показано, что легирование данными элементами положительно влияет на прочностные характеристики материала. Сравнение критических скальвающих напряжений $\tau_{кр}$ в эквИАтомном CoCrFeNiMn ВЭС и Al_{0,3}CoCrFeNi показывает, что при $T < 296$ К $\tau_{кр}$ в монокристаллах Al_{0,3}CoCrFeNi оказываются выше в 1,3–1,5 раза, чем в моно- и поликристаллах эквИАтомного ВЭС. Исследования механических свойств CoCrFeNiMo_x (x – концентрация атомов Mo ат. %) ВЭС, представленные в литературе, также проведены на поликристаллических материалах.

Работы [18; 19] показывают, что легирование атомами Mo поликристаллов системы CoCrFeNi концентрацией от 0,1 до 5 ат. % приводит к формированию однофазной ГЦК кристаллической структуры, и сплав характеризуется более высоким пределом текучести при сохранении пластичности и прочности на удовлетворительном уровне. Анализ распространения трещины в поликристаллах CoCrFeNiMo_{0,2} показывает, что в составе широко распространены твердые интерметаллические частицы с высоким содержанием хрома, которые действуют как слабые места для зарождения микропустот и приводят к разрушению материала.

Несмотря на значительный объем литературы по этой теме, отсутствуют фундаментальные исследования на монокристаллах данных материалов с целью проследить влияние атомов Mo на твердорастворное упрочнение и механические свойства системы CoCrFeNi ВЭС в отсутствие границ зерен, которые выступают дополнительным барьером для движения дислокаций и источником зарождения трещин для разрушения. Кроме того, большинство экспериментальных результатов для данных материалов получены при комнатной температуре испытания, и отсутствуют сведения о характере разрушения при температуре жидкого азота.

Цель работы – исследование температурной зависимости критических скальвающих напряжений $\tau_{кр}$, $\sigma(\epsilon)$ -кривых течения, коэффициента деформационного упрочнения θ_{II} на линейной стадии II, пластичности и разрушения ГЦК монокристаллов эквИАтомного CoCrFeNiMn и Co₂₄Cr₂₄Fe₂₄Ni₂₄Mo₄ (CoCrFeNiMo) ВЭС с разной величиной энергии дефекта упаковки γ_0 , ориентированных вдоль направления [001].

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Монокристаллы CoCrFeNiMo и эквИАтомного CoCrFeNiMn (ат. %) ВЭС выращивали методом Бриджмена в атмосфере инертного газа гелия. Легирование атомами Mo до 4 ат. % проводили за счет уменьшения каждого элемента системы CoCrFeNi в равных атомных долях. Полученный CoCrFeNiMo (ат. %) ВЭС характеризовался величиной энергии дефекта упаковки $\gamma_0 = 0,030$ Дж/м², а эквИАтомный CoCrFeNiMn ВЭС имел $\gamma_0 = 0,022$ Дж/м². Образцы в форме двойной лопатки размером $2 \times 1,5 \times 15$ мм³ вырезали на электроискровом станке. Поврежденный поверхностный слой удаляли механической шлифовкой и затем полировали в электролите 200 мл H₃PO₄+50 г CrO₃. Ориентацию определяли на дифрактометре ДРОН-3М с использованием Ka-железного излучения. Механические свойства в интервале температур от 77 до 573 К изучали на испытательной машине Instron 5969 со скоростью деформации $4 \cdot 10^{-4}$ с⁻¹. Критические скальвающие напряжения для скольжения при растяжении определяли, используя выражение $\tau_{кр} = \sigma_{0,1} \times m_{ск}$ ($\sigma_{0,1}$ – осевые напряжения на пределе текучести; $m_{ск}$ – фактор Шмида для скольжения). Для вычисления коэффициента деформационного упрочнения на стадии линейного упрочнения использовали формулу $\theta_{II} = d\sigma/d\epsilon$. Для исследования были выбраны кристаллы, ориентированные вдоль направления [001]. Во-первых, кристаллы выбранной ориентации ориентированы для множественного сдвига, а, во-вторых, в кристаллах данной ориентации фактор Шмида для скольжения больше фактора Шмида для двойникования $m_{ск}(0,41) > m_{дв}(0,236)$. Это позволяет выяснить роль скольжения, развивающегося одновременно в нескольких системах в деформационном упрочнении. Поверхность деформированных образцов исследовали на оптическом микроскопе KEYENCE VHX-2000. Тонкие фольги получали методом двухструйной электрополировки на приборе TenuPol-5 при комнатной температуре и приложенном напряжении 12,5 В в электролите, содержащем 20 % серной кислоты в этиловом спирте. Электронно-микроскопические исследования проводили на электронном микроскопе JEOL 2010 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Изображения поверхности разрушенных образцов получены на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA 3.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Температурная зависимость критических скальвающих напряжений $\tau_{кр}(T)$ в интервале $T = 77–973$ К [001]-кристаллов CoCrFeNiMo и эквИАтомного CoCrFeNiMn ВЭС, а также аустенитной нержавеющей стали (АНС) Fe-26%Cr-32%-Ni-3%Mo (масс. %) (FeCrNiMo) с близкой концентрацией атомов Mo при деформации растяжением представлены на рис. 1.

Видно, что температурная зависимость $\tau_{кр}(T)$ для монокристаллов исследованных сплавов состоит из двух температурных интервалов, характерных для ГЦК чистых металлов и сплавов замещения при развитии деформации скольжением (рис. 1). На первом низкотемпературном участке при $T < 373$ К температурная зависимость $\tau_{кр}(T)$ превышает температурную зависимость модуля сдвига $G(T)$. Эта часть температурной

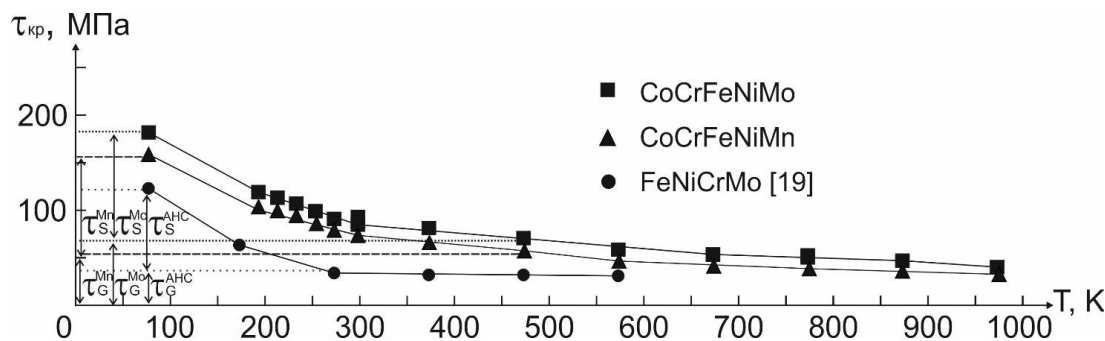


Рис. 1. Температурная зависимость критических скалывающих напряжений в монокристаллах ГЦК высокоэнтропийных сплавов и аустенитной нержавеющей стали при деформации растяжением.

$\tau_S^{Mo}, \tau_S^{Mn}, \tau_S^{AHC}, \tau_G^{Mo}, \tau_G^{Mn}, \tau_G^{AHC}$ – термоактивируемая и атермическая компоненты $\tau_{кр}(T)$ для CoCrFeNiMo ВЭС, CoCrFeNiMn ВЭС и FeCrNiMo АНС соответственно

Fig. 1. Temperature dependence of critical shear stress in the single crystals of FCC high-entropy alloys and austenitic stainless steel at tensile strain.

$\tau_S^{Mo}, \tau_S^{Mn}, \tau_S^{AHC}, \tau_G^{Mo}, \tau_G^{Mn}, \tau_G^{AHC}$ – thermally-activated and athermal components $\tau_{cr}(T)$ for CoCrFeNiMo HEA, CoCrFeNiMn HEA, and FeCrNiMo ASS respectively

зависимости $\tau_{кр}(T)$ называется термически активируемой компонентой τ_S . Второй высокотемпературный участок при $T > 373$ К, где температурная зависимость $\tau_{кр}(T)$ слабо меняется с ростом температуры испытания, оказывается близким к температурной зависимости модуля сдвига $G(T)$ и называется атермической компонентой τ_G .

Согласно [20], $\tau_{кр}(T)$ можно представить как $\tau_{кр}(T) = \tau_S + \tau_G$.

На рис. 1 показаны определения τ_S и τ_G . В таблице 1 представлены числовые значения $\tau_{кр}$ при $T = 77$ К, τ_S , τ_G , и отношение τ_S/τ_G для монокристаллов всех исследованных сплавов.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ данных, представленных на рис. 1 и в таблице 1, показывает, что легирование атомами Мо концентрацией 4 ат. % системы CoCrFeNi приводит к росту $\tau_{кр}$ во

всем температурном интервале по сравнению с эквивалентным CoCrFeNiMn ВЭС: при $T = 77$ К $\Delta\tau_{кр} = \tau_{кр}^{Mo} - \tau_{кр}^{Mn} = 25$ МПа ($\tau_{кр}^{Mo}$ и $\tau_{кр}^{Mn}$ – критические скалывающие напряжения $\tau_{кр}$ для CoCrFeNiMo ВЭС и CoCrFeNiMn ВЭС соответственно); при $T = 296$ К $\Delta\tau_{кр} = 11$ МПа; при $T = 473$ К $\Delta\tau_{кр} = 11$ МПа. При твердорастворном упрочнении атомами Мо наблюдается увеличение как термически активируемой $\Delta\tau_S = \tau_S^{Mo} - \tau_S^{Mn}$, так и атермической компоненты $\Delta\tau_G = \tau_G^{Mo} - \tau_G^{Mn}$ на 12 МПа. Значения τ_S/τ_G для [001]-кристаллов ВЭСов с разной γ_0 , представленные в таблице 1, оказываются близкими: $\tau_S^{Mo}/\tau_G^{Mo} = 1,2$ для CoCrFeNiMo ВЭС с $\gamma_0 = 0,030$ Дж/м² и $\tau_S^{Mn}/\tau_G^{Mn} = 1,19$ для эквивалентного CoCrFeNiMn ВЭС с $\gamma_0 = 0,022$ Дж/м². Для монокристаллов этой же ориентации FeNiCrMo АНС, где в качестве базового элемента выступают атомы Fe, а концентрация атомов Мо близка к концентрации в CoCrFeNiMo ВЭС, напряжения $\tau_{кр} = 123$ МПа при $T = 77$ К, величины $\tau_{кр}^S = 91$ МПа и $\tau_{кр}^G = 32$ МПа оказываются ниже, чем в CoCrFeNiMn и CoCrFeNiMo,

Таблица 1. Экспериментальные результаты температурной зависимости $\tau_{кр}(T)$ при $T = 77$ К и термически активируемых и атермических компонент [001]-кристаллов CoCrFeNiMo ВЭС, CoCrFeNiMn ВЭС и FeNiCrMo АНС

Table 1. Experimental results of temperature dependence $\tau_{cr}(T)$ at $T = 77$ K and thermally-activated and athermal components of [001]-crystals of CoCrFeNiMo HEA, CoCrFeNiMn HEA, and FeNiCrMo ASS

Сплав	$\tau_{кр}, \text{ МПа } T=77 \text{ К}$	$\tau_{кр}^S, \text{ МПа}$	$\tau_{кр}^G, \text{ МПа}$	τ_S/τ_G
CoCrFeNiMo	185	100	85	1,20
CoCrFeNiMn	160	88	73	1,19
FeNiCrMo [19]	123	91	32	2,80

где атомов, составляющих основу матрицы, нет. Однако отношение $\tau_s^{\text{АНС}}/\tau_G^{\text{АНС}}=2,8$ оказывается выше в 2,3 раза, и, соответственно, температурная зависимость $\tau_s(T)$ более сильной, чем в монокристаллах исследуемых ВЭС (рис. 1, таблица 1). В монокристаллах АНС сильная температурная зависимость $\tau_s(T)$ определяется локальным взаимодействием между скользящими дислокациями и атомами большого атомного радиуса Мо [19]. Природа температурной зависимости $\tau_s(T)$ в [001]-кристаллах исследуемых ВЭС может быть более сложной. Она может быть связана, во-первых, как и в АНС, с локальным взаимодействием между скользящими дислокациями и атомами большого радиуса, входящими в состав: с атомами Сг в CoCrFeNiMn ВЭС и атомами Сг и Мо в CoCrFeNiMo ВЭС [18; 19]; во-вторых, с возможностью образования кластеров и изменения локального магнетизма из-за большого количества элементов, находящихся в равных атомных концентрациях [9]. Близкие значения τ_s/τ_G для CoCrFeNiMn и CoCrFeNiMo ВЭС свидетельствуют о том, что добавление атомов Мо с большим атомным радиусом в малых концентрациях (4 ат. %) не оказывает значительного влияния на упрочнение и усиление температурной зависимости $\tau_s(T)$ [001]-кристаллов CoCrFeNiMo ВЭС по сравнению с [001]-кристаллами CoCrFeNiMn ВЭС при растяжении.

Исследования дислокационной структуры показывают, что начало пластической деформации в обоих исследованных ВЭС связано со скольжением, как и в монокристаллах АНС [20]. При этом в дислокационной структуре наблюдается некоторое отличие. В [001]-кристаллах CoCrFeNiMn ВЭС дислокационная структура представляет собой однородное распределение дислокаций в нескольких системах, тогда как в кристаллах этой ориентации CoCrFeNiMo ВЭС структура более планарная с плоскими скоплениями дислокаций и дислокационными сетками (рис. 2). При этом уровень напряжений на пределе текучести ($\sigma_{0,1}=235$ МПа для CoCrFeNiMo ВЭС, $\sigma_{0,1}=210$ МПа для CoCrFeNiMn ВЭС) и величина энергии дефекта упаковки γ_0 ($\gamma_0=0,030$ Дж/м² в CoCrFeNiMo ВЭС и $\gamma_0=0,022$ Дж/м² в CoCrFeNiMn ВЭС) в обоих сплавах оказываются близ-

кими при $T=296$ К. Физическая причина, приводящая к различию в типе дислокационной структуры, связана с влиянием ближнего порядка в расположении атомов Мо в CoCrFeNiMo ВЭС и его отсутствием в CoCrFeNiMn ВЭС [20].

На рис. 3 представлены $\sigma(\epsilon)$ -кривые и соответствующие им изменения коэффициента деформационного упрочнения $\theta=d\sigma/d\epsilon$ от степени деформации [001]-кристаллов CoCrFeNiMo ВЭС и CoCrFeNiMn ВЭС при деформации растяжением при $T=296$ К. Видно, что в [001]-кристаллах, ориентированных для деформации скольжением в нескольких системах, пластическое течение развивается со стадии II линейного упрочнения. При достижении деформации 25 % наблюдается отклонение от линейного развития деформации, коэффициент деформационного упрочнения θ уменьшается, и происходит переход к стадии III динамического возврата, которая отвечает периоду уменьшения скорости упрочнения (рис. 3 а).

В таблице 2 представлены данные механических свойств [001]-кристаллов CoCrFeNiMo ВЭС и CoCrFeNiMn ВЭС при $T=296$ К. В [001]-кристаллах обоих сплавов в интервале деформации $\epsilon=5-20$ % на линейной стадии θ_{II} оказывается близким: $\theta_{II}=1273$ МПа в CoCrFeNiMo ВЭС и $\theta_{II}=1253$ МПа в CoCrFeNiMn ВЭС (таблица 2). Затем при $\epsilon>20$ % в [001]-кристаллах CoCrFeNiMn ВЭС, в отличие от CoCrFeNiMo ВЭС, наблюдается увеличение θ до 1320 МПа. Другие параметры, характеризующие механическое поведение кристаллов CoCrFeNiMo ВЭС и CoCrFeNiMn ВЭС, такие как максимальный уровень напряжений до разрушения σ_{max} и пластичность, оказываются близкими.

Металлографические исследования поверхности деформированных до 10 % [001]-кристаллов обоих ВЭС при $T=296$ К свидетельствуют о развитии деформации скольжением в нескольких системах (рис. 4). При этом в [001]-кристаллах CoCrFeNiMo ВЭС одна система выражена более сильно, чем в кристаллах этой ориентации CoCrFeNiMn ВЭС, что свидетельствует о локализации скольжения в этой системе из-за ближнего порядка в расположении атомов Мо. Локализация скольжения преимущественно в одной системе и формирование

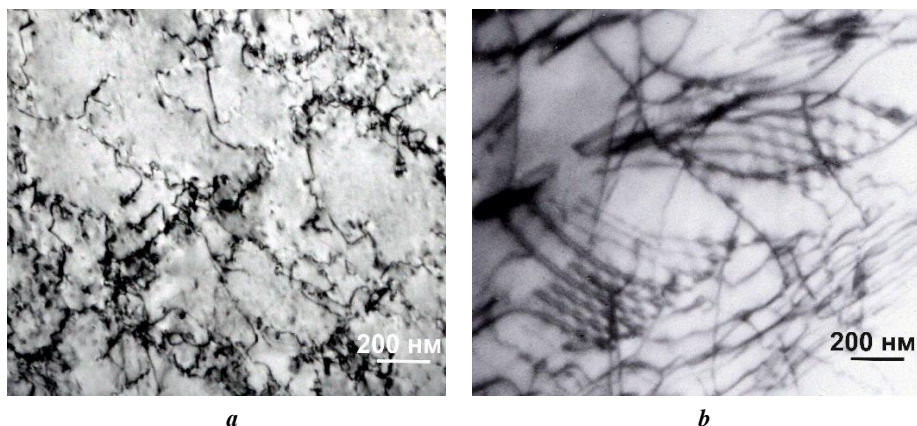


Рис. 2. Дислокационная структура в [001]-монокристаллах высокоэнтропийных сплавов CoCrFeNiMn (а) и CoCrFeNiMo (b) при деформации растяжением 5 % при 296 К

Fig. 2. Dislocation structure in [001]-single crystals of CoCrFeNiMn (a) and CoCrFeNiMo (b) high-entropy alloys at tensile strain of 5 % at 296 K

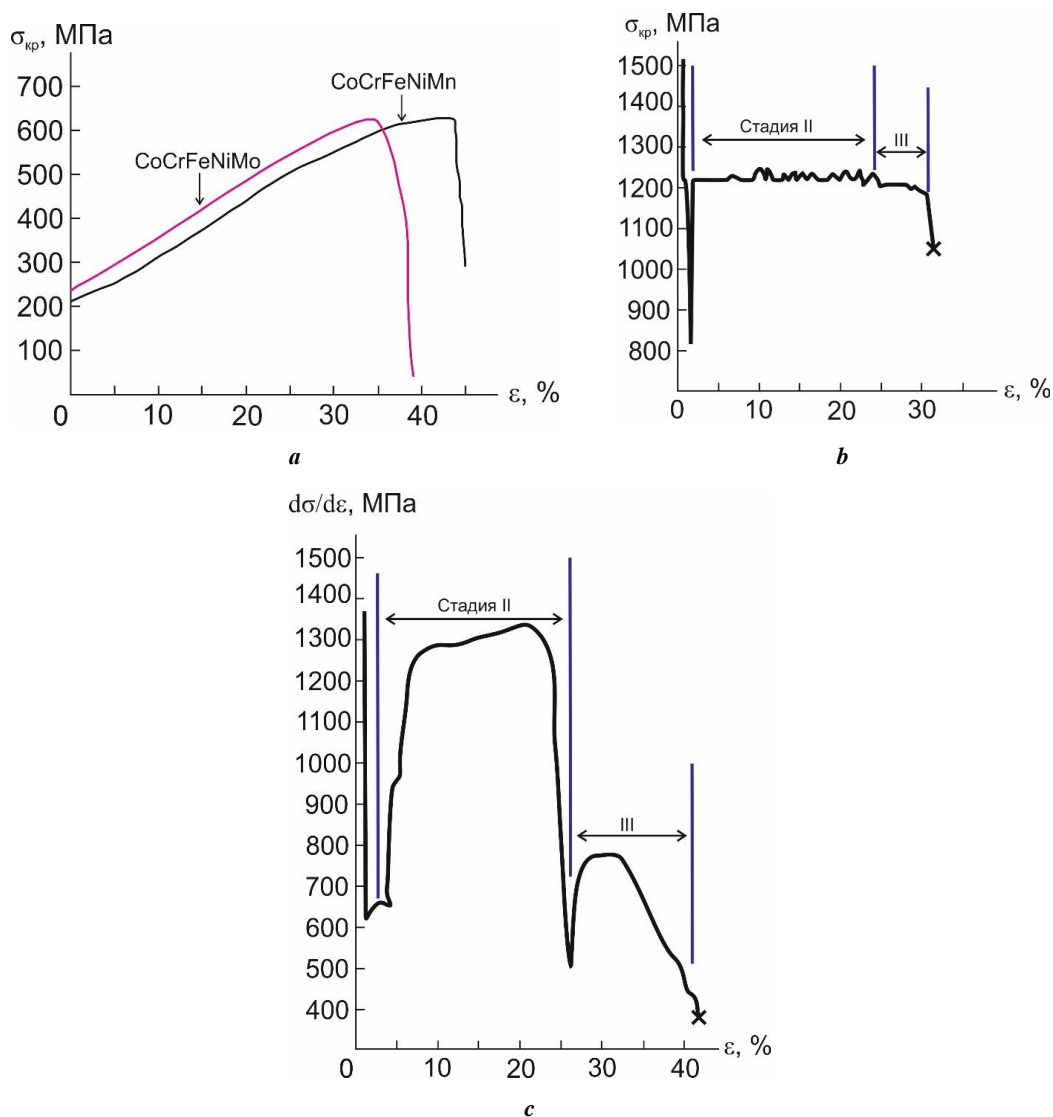


Рис. 3. Кривые «напряжение – деформация» (a) и изменение коэффициента деформационного упрочнения с деформацией (b), (c) в [001]-монокристаллах высокоэнтропийных сплавов при деформации растяжением при 296 К: **b** – CoCrFeNiMo; **c** – CoCrFeNiMn
Fig. 3. “Strain – stress” curves (a) and changes in the strain-hardening coefficient (b), (c) in [001]-single crystals of high-entropy alloys at tensile strain at 296 K: **b** – CoCrFeNiMo; **c** – CoCrFeNiMn

Таблица 2. Механические свойства [001]-кристаллов высокоэнтропийных сплавов CoCrFeNiMo и CoCrFeNiMn при растяжении при T=296 К
Table 2. Mechanical properties of [001]-crystals of CoCrFeNiMo and CoCrFeNiMn high-entropy alloys during tension at T=296 K

Сплав	$\sigma_{0,1}$, МПа	$\theta_{II}=d\sigma/d\varepsilon$, МПа	σ_{max} , МПа	δ , %
CoCrFeNiMn	210±5	1273	610±5	43
CoCrFeNiMo	235±5	1253	620±5	39

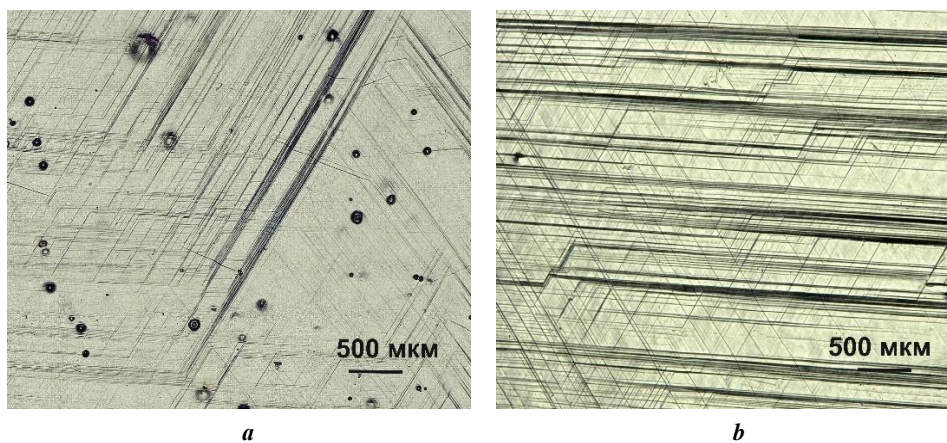


Рис. 4. Металлографическая поверхность деформированных [001]-кристаллов высокоэнтропийных сплавов CoCrFeNiMn (a) и CoCrFeNiMo (b) при $T=296\text{ K}$ и $\delta=10\%$
Fig. 4. Metallographic surface of the strained [001]-crystals of CoCrFeNiMn (a) and CoCrFeNiMo (b) high-entropy alloys at $T=296\text{ K}$ and $\delta=10\%$

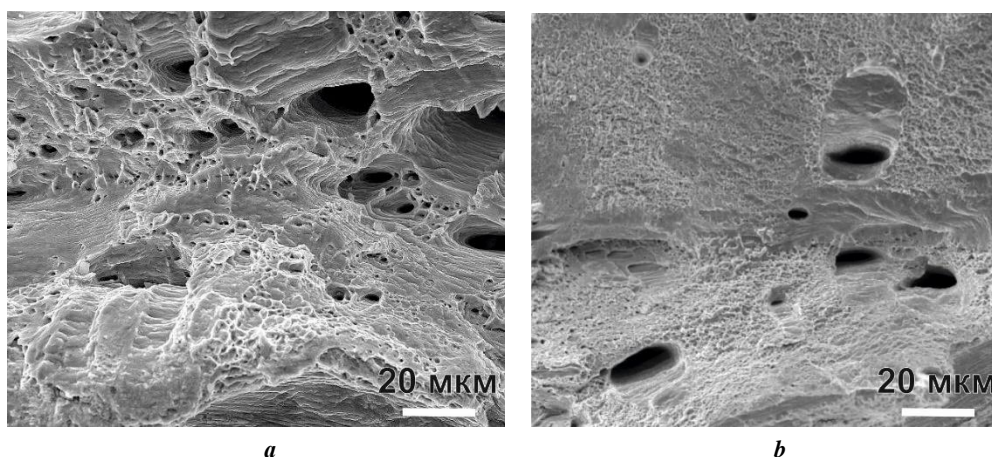


Рис. 5. Фрактографическая картина поверхности разрушения [001]-кристаллов высокоэнтропийных сплавов CoCrFeNiMn (a) и CoCrFeNiMo (b) при $T=296\text{ K}$
Fig. 5. Fractographic pattern of fracture surface of [001]-crystals of CoCrFeNiMn (a) and CoCrFeNiMo (b) high-entropy alloys at $T=296\text{ K}$

ближнего порядка коррелирует с развитием планарной дислокационной структуры в [001]-кристаллах CoCrFeNiMo ВЭС (рис. 2 б).

На рис. 5 представлены фрактографические картины поверхности разрушенных образцов при комнатной температуре испытаний.

При развитии скольжения одновременно в нескольких системах [001]-кристаллы CoCrFeNiMo ВЭС и CoCrFeNiMn ВЭС при 296 К разрушаются вязко при близком уровне напряжений. Фрактографические картины поверхности разрушенных образцов демонстрируют типичный для вязкого разрушения чашечный узор.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На монокристаллах CoCrFeNiMn ВЭС и CoCrFeNiMo ВЭС, ориентированных вдоль [001] направления, установлено, что легирование атомами Mo до 4 ат. % за счет уменьшения каждого элемента системы CoCrFeNi

в равных атомных долях приводит к увеличению критических скалывающих напряжений $\tau_{кр}$ на 25 и 11 МПа соответственно при 77 и 296 К по сравнению с кристаллами данной ориентации эквивалентного CoCrFeNiMn ВЭС. В [001]-кристаллах ВЭС величины θ_{II} , пластичность и максимальные напряжения перед разрушением σ_{max} оказываются близкими и определяются деформацией скольжением, которое развивается в нескольких системах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys // Progress in Materials Science. 2014. Vol. 61. P. 1–93. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2013.10.001](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.10.001).
2. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts // Acta Materialia.

2017. Vol. 122. P. 448–511. DOI: [10.1016/j.actamat.2016.08.081](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081).
3. Li Z.Z., Zhao S.T., Ritchie R.D., Meyers M.A. Mechanical properties of high-entropy alloys with emphasis on face-centered cubic alloys // *Progress in Materials Science*. 2019. Vol. 102. P. 296–345. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2018.12.003](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.12.003).
 4. George E.P., Raabe D., Ritchie R.O. High-entropy alloys // *Nature Reviews Materials*. 2019. Vol. 4. № 8. P. 515–534. DOI: [10.1038/s41578-019-0121-4](https://doi.org/10.1038/s41578-019-0121-4).
 5. Gludovatz B., Hohenwarter A., Catoor D., Chang E.H., George E.P., Ritchie R.O. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications // *Science*. 2014. Vol. 345. № 6201. P. 1153–1158. DOI: [10.1126/science.1254581](https://doi.org/10.1126/science.1254581).
 6. Ye Y.F., Wang Q., Lu J., Liu C.T., Yang Y. High-entropy alloy: challenges and prospects // *Materials Today*. 2016. Vol. 19. № 6. P. 349–362. DOI: [10.1016/j.mattod.2015.11.026](https://doi.org/10.1016/j.mattod.2015.11.026).
 7. Otto F., Dlouhy A., Somsen C., Bei H., Eggeler G., George E.P. The influence of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy // *Acta Materialia*. 2013. Vol. 61. № 15. P. 5743–5755. DOI: [10.1016/j.actamat.2013.06.018](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.06.018).
 8. Laplanche G., Kostka A., Horst O.M., Eggeler G., George E.P. Microstructure evolution and critical stress for twinning in the CrMnFeCoNi high-entropy alloy // *Acta Materialia*. 2016. Vol. 118. P. 152–163. DOI: [10.1016/j.actamat.2016.07.038](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.038).
 9. Joo S.-H., Kato H., Jang M.J., Moon J., Tsai C.W., Yeh J.W., Kim H.S. Tensile deformation behavior and deformation twinning of an equimolar CoCrFeMnNi high-entropy alloy // *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*. 2017. Vol. 689. P. 122–133. DOI: [10.1016/j.msea.2017.02.043](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.043).
 10. Yasuda H.Y., Shigeno K., Nagase T. Dynamic strain aging of Al_{0.3}CoCrFeNi high entropy alloy single crystals // *Scripta Materialia*. 2015. Vol. 108. P. 80–83. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2015.06.022](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.06.022).
 11. Zhao Y.Y., Chen H.W., Lu Z.P., Nieh T.G. Thermal stability and coarsening of coherent particles in a precipitation-hardened (NiCoFeCr)₉₄Ti₂Al₄ high-entropy alloy // *Acta Materialia*. 2018. Vol. 147. P. 184–194. DOI: [10.1016/j.actamat.2018.01.049](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.01.049).
 12. Yasuda H.Y., Miyamoto H., Cho K., Nagase T. Formation of ultrafine-grained microstructure in Al_{0.3}CoCrFeNi // *Materials Letters*. 2017. Vol. 199. P. 120–123. DOI: [10.1016/j.matlet.2017.04.072](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.04.072).
 13. Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys // *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*. 2004. Vol. 375–377. P. 213–218. DOI: [10.1016/j.msea.2003.10.257](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257).
 14. Li D.Y., Zhang Y. The ultrahigh charpy impact toughness of forged AlxCoCrFeNi high entropy alloys at room and cryogenic temperatures // *Intermetallics*. 2016. Vol. 70. P. 24–28. DOI: [10.1016/j.intermet.2015.11.002](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2015.11.002).
 15. Wu Z., Gao Y.F., Bei H. Single crystal plastic behavior of a single-phase, face-center-cubic-structured, equiatomic FeNiCrCo alloy // *Scripta Materialia*. 2015. Vol. 109. P. 108–112. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2015.07.031](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.07.031).
 16. Ma S.C., Zhang S.F., Qiao J.W., Wang Z.H., Gao M.C., Jiao Z.M., Yang H.J., Zhang Y. Superior high tensile elongation of a single-crystals CoCrFeNiAl_{0.3} high-entropy alloy by Bridgman solidification // *Intermetallics*. 2014. Vol. 54. P. 104–109. DOI: [10.1016/j.intermet.2014.05.018](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2014.05.018).
 17. Cai B., Liu B., Kabra S., Wang Y.Q., Yan K., Lee P.D., Liu Y. Deformation mechanisms of Mo alloyed FeCoCrNi high entropy alloy: In situ neutron diffraction // *Acta Materialia*. 2017. Vol. 127. P. 471–480. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.01.034](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.01.034).
 18. Tawancy H.M. On the tensile strength of medium entropy Fe₃₀Ni₃₀Cr₂₀Co₁₇Mo₂W₁ alloy with high microstructural stability // *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*. 2020. Vol. 781. Article number 139239. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139239](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139239).
 19. Byrnes M.L.G., Gruyicic M., Owen W.S. Nitrogen strengthening of a stable austenitic stainless steel // *Acta Metallurgica*. 1987. Vol. 35. № 7. P. 1853–1862. DOI: [10.1016/0001-6160\(87\)90131-3](https://doi.org/10.1016/0001-6160(87)90131-3).
 20. Kireeva I.V., Chumlyakov Yu.I., Pobedennaya Z.V., Vyrodova A.V., Karaman I. Twinning in [001]-oriented single crystals of CoCrFeMnNi high-entropy alloy at tensile deformation // *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*. 2018. Vol. 713. P. 253–259. DOI: [10.1016/j.msea.2017.12.059](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.059).

REFERENCES

1. Zhang Y., Zuo T.T., Tang Z., Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Z.P. Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science*, 2014, vol. 61, pp. 1–93. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2013.10.001](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.10.001).
2. Miracle D.B., Senkov O.N. A critical review of high entropy alloys and related concepts. *Acta Materialia*, 2017, vol. 122, pp. 448–511. DOI: [10.1016/j.actamat.2016.08.081](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.08.081).
3. Li Z.Z., Zhao S.T., Ritchie R.D., Meyers M.A. Mechanical properties of high-entropy alloys with emphasis on face-centered cubic alloys. *Progress in Materials Science*, 2019, vol. 102, pp. 296–345. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2018.12.003](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2018.12.003).
4. George E.P., Raabe D., Ritchie R.O. High-entropy alloys. *Nature Reviews Materials*, 2019, vol. 4, no. 8, pp. 515–534. DOI: [10.1038/s41578-019-0121-4](https://doi.org/10.1038/s41578-019-0121-4).
5. Gludovatz B., Hohenwarter A., Catoor D., Chang E.H., George E.P., Ritchie R.O. A fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications. *Science*, 2014, vol. 345, no. 6201, pp. 1153–1158. DOI: [10.1126/science.1254581](https://doi.org/10.1126/science.1254581).
6. Ye Y.F., Wang Q., Lu J., Liu C.T., Yang Y. High-entropy alloy: challenges and prospects. *Materials Today*, 2016, vol. 19, no. 6, pp. 349–362. DOI: [10.1016/j.mattod.2015.11.026](https://doi.org/10.1016/j.mattod.2015.11.026).
7. Otto F., Dlouhy A., Somsen C., Bei H., Eggeler G., George E.P. The influence of temperature and microstructure on the tensile properties of a CoCrFeMnNi high-entropy alloy. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61,

- no. 15, pp. 5743–5755. DOI: [10.1016/j.actamat.2013.06.018](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.06.018).
8. Laplanche G., Kostka A., Horst O.M., Eggeler G., George E.P. Microstructure evolution and critical stress for twinning in the CrMnFeCoNi high-entropy alloy. *Acta Materialia*, 2016, vol. 118, pp. 152–163. DOI: [10.1016/j.actamat.2016.07.038](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.07.038).
 9. Joo S.-H., Kato H., Jang M.J., Moon J., Tsai C.W., Yeh J.W., Kim H.S. Tensile deformation behavior and deformation twinning of an equimolar CoCrFeMnNi high-entropy alloy. *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*, 2017, vol. 689, pp. 122–133. DOI: [10.1016/j.msea.2017.02.043](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.043).
 10. Yasuda H.Y., Shigeno K., Nagase T. Dynamic strain aging of Al_{0.3}CoCrFeNi high entropy alloy single crystals. *Scripta Materialia*, 2015, vol. 108, pp. 80–83. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2015.06.022](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.06.022).
 11. Zhao Y.Y., Chen H.W., Lu Z.P., Nieh T.G. Thermal stability and coarsening of coherent particles in a precipitation-hardened (NiCoFeCr)₉₄Ti₂Al₄ high-entropy alloy. *Acta Materialia*, 2018, vol. 147, pp. 184–194. DOI: [10.1016/j.actamat.2018.01.049](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.01.049).
 12. Yasuda H.Y., Miyamoto H., Cho K., Nagase T. Formation of ultrafine-grained microstructure in Al_{0.3}CoCrFeNi. *Materials Letters*, 2017, vol. 199, pp. 120–123. DOI: [10.1016/j.matlet.2017.04.072](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.04.072).
 13. Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*, 2004, vol. 375–377, pp. 213–218. DOI: [10.1016/j.msea.2003.10.257](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257).
 14. Li D.Y., Zhang Y. The ultrahigh charpy impact toughness of forged Al_xCoCrFeNi high entropy alloys at room and cryogenic temperatures. *Intermetallics*, 2016, vol. 70, pp. 24–28. DOI: [10.1016/j.intermet.2015.11.002](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2015.11.002).
 15. Wu Z., Gao Y.F., Bei H. Single crystal plastic behavior of a single-phase, face-center-cubic-structured, equiatomic FeNiCrCo alloy. *Scripta Materialia*, 2015, vol. 109, pp. 108–112. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2015.07.031](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.07.031).
 16. Ma S.C., Zhang S.F., Qiao J.W., Wang Z.H., Gao M.C., Jiao Z.M., Yang H.J., Zhang Y. Superior high tensile elongation of a single-crystals CoCrFeNiAl_{0.3} high-entropy alloy by Bridgman solidification. *Intermetallics*, 2014, vol. 54, pp. 104–109. DOI: [10.1016/j.intermet.2014.05.018](https://doi.org/10.1016/j.intermet.2014.05.018).
 17. Cai B., Liu B., Kabra S., Wang Y.Q., Yan K., Lee P.D., Liu Y. Deformation mechanisms of Mo alloyed FeCoCrNi high entropy alloy: In situ neutron diffraction. *Acta Materialia*, 2017, vol. 127, pp. 471–480. DOI: [10.1016/j.actamat.2017.01.034](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.01.034).
 18. Tawancy H.M. On the tensile strength of medium entropy Fe₃₀Ni₃₀Cr₂₀Co₁₇Mo₂W₁ alloy with high microstructural stability. *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*, 2020, vol. 781, article number 139239. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139239](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139239).
 19. Byrnes M.L.G., Gruyicic M., Owen W.S. Nitrogen strengthening of a stable austenitic stainless steel. *Acta Metallurgica*, 1987, vol. 35, no. 7, pp. 1853–1862. DOI: [10.1016/0001-6160\(87\)90131-3](https://doi.org/10.1016/0001-6160(87)90131-3).
 20. Kireeva I.V., Chumlyakov Yu.I., Pobedennaya Z.V., Vyrodova A.V., Karaman I. Twinning in [001]-oriented single crystals of CoCrFeMnNi high-entropy alloy at tensile deformation. *Materials science and engineering A-structural materials properties microstructure and processing*, 2018, vol. 713, pp. 253–259. DOI: [10.1016/j.msea.2017.12.059](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.12.059).

The influence of chemical composition on solid solution and strain hardening of single crystals of FCC high-entropy alloys

© 2022

Anna V. Vyrodova, postgraduate student, junior researcher
National Research Tomsk State University, Tomsk (Russia)

E-mail: wirodowa@mail.ru

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8326-3575>

Received 15.07.2021

Accepted 26.11.2021

Abstract: A characteristic feature of high-entropy alloys is high strength at maintaining plasticity, wear and corrosion resistance, and fracture toughness at cryogenic temperatures. Currently, CoCrFeNiMn is the best-investigated high-entropy compound. However, its application is limited in the high-temperature region due to the low values of the deforming stress level at the plasticity breaking point at $T > 296$ K. One of the common ways to improve the material durability is the addition of substitution atoms of larger atomic radius, and Al, Ti, and Mo are some of these atoms. The paper presents the analysis of the mechanical behavior of single crystals of CoCrFeNiMn and CoCrFeNiMo FCC high-entropy alloys (at. %) oriented along the [001] direction: the author studied the temperature dependence of critical shear stresses $\tau_{cr}(T)$ within the temperature range of $T = 77–973$ K, the type of dislocation structure, strain hardening coefficient θ_{II} , plasticity and fracture at $T = 296$ K under tension. The study shows that the alloying with Mo atoms 4 at. % of the CoCrFeNi system (at. %) causes the solid solution hardening, and critical shear stresses τ_{cr} increase within the entire studied temperature range. The onset of plastic deformation is associated with slip at all temperature tests. At $T = 296$ K, the author identified a planar dislocation structure with flat dislocation pile-ups and dislocation networks in CoCrFeNiMo while in equiatomic CoCrFeNiMn, at such test temperature, a uniform distribution of dislocations was observed in several systems without flat pile-ups. Work hardening coefficient, plasticity, and the level of stresses before fracture turn out to be similar in [001]-crystals of CoCrFeNiMo and CoCrFeNiMn high-entropy alloys, which are determined by the development of slip deformation simultaneously in several systems. Crystals are destroyed viscously at 296 K at the same level of stress.

Keywords: high-entropy alloys; solid solution hardening; slip; twinning; short-range order; CoCrFeNiMo; CoCrFeNiMn.

Acknowledgments: The work was financially supported by the grant of the Russian Science Foundation No.19-19-00217.

The author expresses gratitude to scientific supervisors – Chief Researcher I.V. Kireeva and Professor Yu.I. Chumlyakov for their help in the discussion of findings.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Vyrodova A.V. The influence of chemical composition on solid solution and strain hardening of single crystals of FCC high-entropy alloys. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 15–23. 10.18323/2782-4039-2022-1-15-23.

Электролитическое получение магниевых покрытий

© 2022

Гнусина Анастасия Михайловна^{*1}, магистр

кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

*Грызунова Наталья Николаевна*², доктор физико-математических наук, доцент,

профессор кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: myripru@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8600-7566>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2802-9537>

Поступила в редакцию 08.07.2021

Принята к публикации 25.02.2022

Аннотация: Магний, его соединения и сплавы в последнее время вызывают повышенный интерес ученых во всем мире. Интерес к исследованиям магния обусловлен сочетанием в нем множества перспективных свойств, которые находят практическое применение в различных отраслях народного хозяйства. В промышленных масштабах основную долю магния производят путем электролиза из расплава. Однако существует проблема безопасности этого процесса для окружающей среды. Метод является экологически неблагоприятным, поскольку сопровождается выделением в окружающую среду опасных соединений хлора и хлорорганических соединений. В ряде случаев альтернативой может служить метод электроосаждения из растворов. Задача получения магния и магниесодержащих покрытий методом электроосаждения из растворов уже ставилась, но получить стабильный электролит, позволяющий создать качественные покрытия, до сих пор не удавалось. В работе предложен электролит, в котором в качестве растворителя использовался изопропиловый спирт. Магниесодержащие покрытия получали методом электроосаждения на токопроводящую основу. Электролит готовился на основе безводного сульфата магния. Для увеличения электропроводности электролита в раствор добавлялись хлориды натрия, калия и кальция в разных концентрациях. Проведены экспериментальные исследования влияния состава электролита и режимов электроосаждения на морфологию и элементный состав магниесодержащих покрытий. Электронно-микроскопические исследования и исследования элементного состава образцов энергодисперсионным рентгенофлуоресцентным спектрометром показали, что оптимальным режимом электроосаждения для получения магниевых покрытий с мелкокристаллической структурой, низкой пористостью и высоким содержанием магния является нестационарный (двухступенчатый) режим электроосаждения.

Ключевые слова: электроосаждение; магний; морфология поверхности; состав электролита.

Благодарности: Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Гнусина А.М., Грызунова Н.Н. Электролитическое получение магниевых покрытий // Frontier Materials and Technologies. 2022. № 1. С. 24–30. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-24-30.

ВВЕДЕНИЕ

Среди огромного многообразия металлов и их сплавов особенно актуальным сегодня является магний, благодаря сочетанию в нем множества перспективных свойств. Магний применяют во многих отраслях народного хозяйства, однако как конструкционный материал чистый металлический магний практически не используют – применяют сплавы или покрытия на его основе.

Было показано, что магниевый деформируемый сплав ВМД16 может быть использован в авиастроении для силовых деталей в системах управления и внешней подвески вертолета, для силовой детали в конструкции пассажирских кресел [1]. При добавлении небольшого количества лантана и церия сплав магния становится пригодным для использования при высоких температурах, например в деталях авиационных двигателей [2]. Широкого применения в изготовлении различных конструкций достигли сплавы на основе системы Al–Mg–Sc в силу того, что по сравнению со стандартными магниевыми сплавами они демонстрируют высокие механические свойства, особенно предел текучести [3].

Применение некоторых магниевых сплавов ограничено из-за их низкой пластичности и плохой обрабатываемости при пониженных температурах. Для устранения этих недостатков сплавы подвергают мегапластическим деформациям, после чего в ряде случаев они показывают улучшение пластических свойств [4]. Сплав системы Al–6 % Mg–0,3 % Sc с ультрамелкозернистой структурой показал улучшение технологической пластичности при прокатке [5].

Оксид магния MgO с добавлением хлорида магния MgCl₂ (20 %) является основным компонентом магнезиального цемента – прочного огнеупорного материала¹. Химические источники тока на основе магния используются в качестве стратегических энергоносителей. Разрабатываются магниевые-серные аккумуляторы, которые в будущем могут заменить современные литий-ионные батареи [6]. Существует устойчивая тенденция к расширению сферы применения материалов

¹ Каримов И.Н., Аззамов Ф.А., Мязитов Р.С. Магнезиальный тампонажный материал и способ его получения: патент РФ № RU 2542028, заявка 2014105540/03 от 14.02.2014, опубликовано 20.02.2015 бюллетень № 5. 2 с.

на магниевой основе в медицине и автомобильной промышленности [7; 8].

Материалы на основе магния обладают рядом преимуществ перед биоинертными сплавами металлов, полимерами и биокерамикой. Магний имеет хорошую биосовместимость, биodeградируемость, абсорбируемость, высокий предел прочности в сравнении с полимерами и более высокую эластичность в сравнении с керамикой, что предполагает его применение в качестве костных имплантатов [9–11]. В последние годы повышенный интерес к магнию обусловлен еще и тем, что магний может выступать в качестве сорбента водорода в водородной энергетике.

Существует два основных способа получения магния на производстве: электролитический (около 70 % всего металлического магния создается именно этим путем) и термический (порядка 30 % промышленности).

Метод получения металлического магния путем электролиза из расплава является экологически неблагоприятным, поскольку процесс сопровождается выделением в окружающую среду опасных соединений хлора и хлорорганических соединений². Термические способы подразделяются на углетермический, карбидно-термический и силикотермический. Для первых двух требуется сложная дорогая аппаратура, а углетермический еще и взрывоопасен: образующаяся мелкая пыль магния склонна к самовозгоранию. Поэтому в современной практике эти способы применяются реже. Силикотермический способ требует меньших температур и более простого оборудования, однако этот способ сложен и дорог из-за большого расхода реторт [12]. В связи с этим разработка альтернативных методов получения магния и магнийсодержащих покрытий весьма актуальна.

В лабораторных условиях для получения порошков и наночастиц магния и его оксида чаще всего применяется химическое осаждение. В работе [13] авторы предложили синтезировать наночастицы металлического магния с помощью соноэлектрохимии. Однако эти методы нецелесообразно использовать в промышленных масштабах.

Одним из распространенных способов нанесения покрытий, повышения качества поверхности изделий, изменения их морфологии и свойств, является электролитическое осаждение металлов. Задача получения магниевых структур и покрытий из них методом электроосаждения из водных электролитов уже ставилась [14], но получить стабильный электролит, позволяющий создать стабильно качественное покрытие необходимой толщины, не удалось. Было установлено, что большое количество кислорода, присутствующего в водных электролитах, не позволяет образовываться на поверхности катода чистому магнию, а вместо него осаждается оксид магния MgO [14].

В патенте «Электролит для гальванического осаждения алюминий-магниевых сплавов» авторы в качестве растворителя применяют ароматический растворитель, представляющий собой бензол, толуол, ксилол

или их смесь [15]. В качестве основы для электролита перспективно также применение бензола C₆H₆ или же тетрагидрофурана C₄H₈O [16–18]. В связи с тем, что электропроводность таких растворителей крайне низкая, необходимо прибегать к сложным по составу электролитам [19–21].

Цель исследования – отработка состава электролита и методики нанесения магнийсодержащих покрытий электролитическим методом из спиртового раствора электролита.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве растворителя использовался 96%-й изопропиловый спирт. Для проведения экспериментов был выбран следующий состав электролита: 395 г смеси солей (10 % – MgSO₄·7H₂O, 15 % – NaCl, 65 % – KCl, 1 % – CaCl₂) на 1 л изопропилового спирта. Безводный сульфат магния получали из кристаллогидрата MgSO₄·7H₂O путем сушки. Семиводный сульфат магния предварительно выпаривался при температуре 200 °С.

Добавление в состав электролита хлористых солей натрия, калия, кальция позволило существенно изменить удельную электропроводность всего электролита.

Для приготовления электролита была использована магнитная мешалка с подогревом US-1500D, позволяющая осуществлять тщательное перемешивание компонентов электролита. В качестве катода использовалась пластина металлургической меди, которая предварительно была очищена от окислов в 30%-м растворе серной кислоты, промыта в дистиллированной воде и высушена в сушильном шкафу. В качестве анода использовалась пластина технического чистого магния. Эксперименты проводились из одного и того же электролита в течение месяца. Хранение электролита между экспериментами, в силу быстрой испаряемости изопропилового спирта, осуществлялось в герметически закрытых сосудах.

Электроосаждение производилось на потенциостате фирмы Elins “Electrochemical Instruments” модели P-150J в гальваностатическом режиме при различных условиях электроосаждения. Варьировалось время электролиза, плотность тока, режимы (от стационарного до ступенчатого). В таблице 1 представлена информация о наиболее удачных режимах электроосаждения, которые позволили получить магнийсодержащие покрытия.

Для оценки морфологии поверхности полученных магниевых покрытий были использованы сканирующие электронные микроскопы JEOL JCM-6000 и Carl Zeiss Sigma и метод контроля внешнего вида покрытия согласно ГОСТ 9.302-88. Воспроизводимость покрытий оценивалась по внешним признакам: наличию визуальных дефектов покрытия, отсутствию отслоения покрытия от основы, цвету и блеску.

Для определения элементного состава образцов применялся энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр EDX-8000.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В результате проведения исследований было обнаружено, что при электроосаждении в предложенном составе электролита и с применением режимов

² ИТС 21-2016 Производство оксида магния, гидроксида магния, хлорида магния // Электронный фонд правовых и нормативно-технических документов.
URL: <https://docs.cntd.ru/document/1200143293>.

Таблица 1. Режимы электроосаждения
Table 1. Electrodeposition modes

№ образца	Условия электроосаждения	Плотность тока, мА/см ²	Полное время осаждения, с
M1	Стационарный режим, T=25 °C	100	900
M2	Ступенчатый режим, высота ступени – 20 мА, ширина ступени – 60 с (всего 10 ступеней), T=25 °C	min 30 max 210	660
M3	Стационарный режим, T=25 °C	250	600

электроосаждения, представленных в таблице 1, на медной подложке формируются магнийсодержащие покрытия. На рис. 1–3 приведены электронно-микроскопические снимки магнийсодержащего покрытия на поверхности медной подложки.

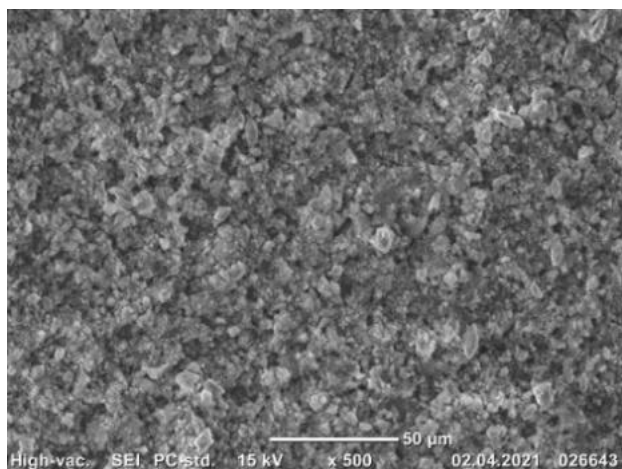
Однако метод контроля внешнего вида покрытия и микроскопические исследования образца M1, представленные на рис. 1, показали, что покрытие получается рыхлое и крупнокристаллическое. Наблюдается большой разброс кристаллов по размерам (от 0,5 до 5 мкм). Средний размер кристаллов в покрытии составляет около 3,5 мкм. Два других режима электроосаждения позволили получить более однородные покрытия (рис. 2, рис. 3). Так, средний размер кристаллов в покрытии образца M3 составляет около 2,0 мкм (рис. 3). При этом во всех случаях визуально магниевое покрытие не отслаивалось от подложки.

При каждом режиме электроосаждения было получено по 10 образцов, которые показали высокую воспроизводимость покрытий по внешним признакам и элементному составу.

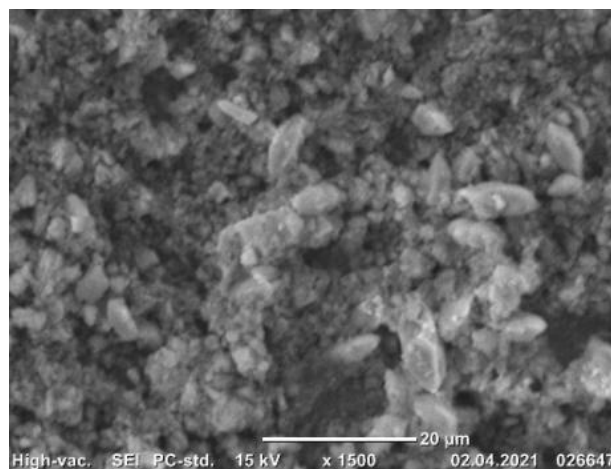
С целью определения концентрации магния в покрытии все полученные образцы были исследованы на элементный состав полуколичественным методом с применением энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрометра. Результаты исследования образцов представлены в таблице 2.

Согласно данным таблицы 2, при электроосаждении в стационарном режиме при плотности тока 100 мА/см² в покрытии кроме магния присутствуют и другие элементы электролита. Высокий процент меди обусловлен тем, что исследования элементного состава покрытий проводились на медной подложке.

При определении элементного состава покрытия у образцов M2 и M3, полученных при других режимах электроосаждения, было обнаружено уменьшение концентрации загрязняющих покрытие элементов (побочных продуктов электролиза в покрытии, концентрация меди не учитывалась). При этом при двухступенчатом режиме электроосаждения магниевое покрытие (образец M2) оказалось наиболее чистым. Концентрация побочных продуктов уменьшилась с 25 до 15 %.



a



b

Рис. 1. Электронно-микроскопические снимки магнийсодержащего покрытия на поверхности медной подложки (образец M1 при увеличении: а – ×500; б – ×1500)
Fig. 1. Electron micrographs of a magnesium-containing coating on the copper substrate surface (specimen M1 when magnified: a – ×500; b – ×1500)

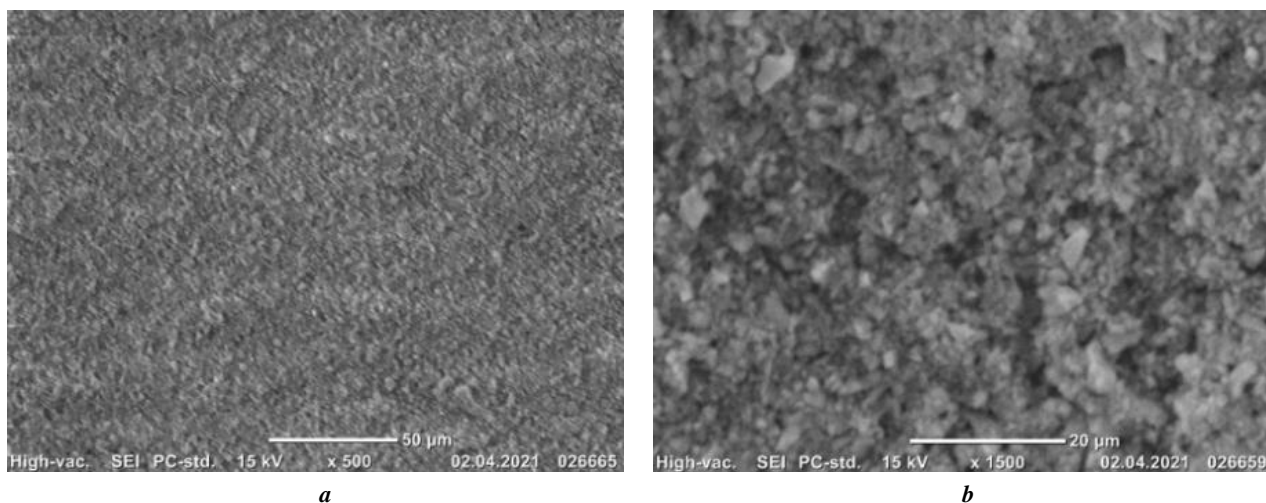


Рис. 2. Электронно-микроскопические снимки магнийсодержащего покрытия на поверхности медной подложки (образец M2 при увеличении: **a** – $\times 500$; **b** – $\times 1500$)
Fig. 2. Electron micrographs of a magnesium-containing coating on the copper substrate surface (specimen M2 when magnified: **a** – $\times 500$; **b** – $\times 1500$)

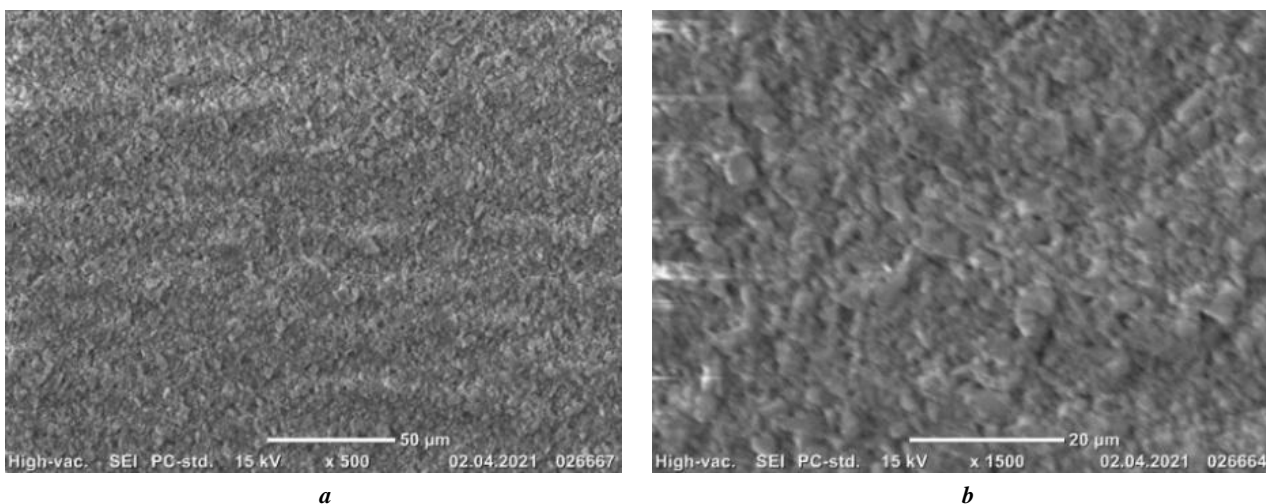


Рис. 3. Электронно-микроскопические снимки магнийсодержащего покрытия на поверхности медной подложки (образец M3 при увеличении: **a** – $\times 500$; **b** – $\times 1500$)
Fig. 3. Electron micrographs of a magnesium-containing coating on the copper substrate surface (specimen M3 when magnified: **a** – $\times 500$; **b** – $\times 1500$)

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Проведенные эксперименты показали, что для получения на поверхности медной подложки магниевых покрытий из раствора электролита в качестве жидкой основы (растворителя) можно использовать изопропиловый спирт.

Анализ результатов исследований позволяет предположить, что добиться более качественного магнийсодержащего покрытия можно путем введения в исходный электролит на основе безводного сульфата магния и изопропилового спирта различного рода добавок в виде хлоридов в разной концентрации.

Отрабатывая режимы электролиза, представленные в работе, мы обнаружили, что для получения на

поверхности медной подложки магниевых покрытий с мелкокристаллической структурой и низкой пористостью при использовании стационарного режима электроосаждения необходимо проводить электролиз при высокой плотности тока (образец M3). Однако по содержанию в образце магния он уступает образцам, полученным при ступенчатом режиме электролиза.

Сложность применения такого электролита в промышленных масштабах связана с высокой летучестью изопропилового спирта. Поэтому в перспективе необходимо разработать методику и технологическую схему электроосаждения магнийсодержащих покрытий и фольг из предлагаемых электролитов.

Таблица 2. Элементный состав образцов
Table 2. Elemental compositions of specimens

Количественный результат элементного состава			
Элементы	Содержание в образце М1, %	Содержание в образце М2, %	Содержание в образце М3, %
Cu	54,0	53,9	54,2
Mg	20,9	27,3	22,2
S	17,5	14,1	16,4
Cl	3,8	2,2	3,6
Na	1,6	1,1	1,6
K	1,3	1,0	1,3
Ca	0,9	0,4	0,7

ВЫВОДЫ

1. Для получения покрытия с более высоким содержанием магния, увеличения чистоты покрытия и уменьшения его пористости целесообразно использовать двухступенчатый режим электроосаждения (образец М2).

2. Для увеличения электропроводности и увеличения выхода по току необходимо внести корректировку по процентному содержанию солей в электролите.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Волкова Е.Ф., Дуюнова В.А. О современных тенденциях развития магниевых сплавов // Технология легких сплавов. 2016. № 3. С. 94–105.
2. Yang W., Tekumalla S., Gupta M. Cumulative Effect of Strength Enhancer-Lanthanum and Ductility Enhancer-Cerium on Mechanical Response of Magnesium // Metals. 2017. Vol. 7. № 7. Article number 241. DOI: [10.3390/met7070241](https://doi.org/10.3390/met7070241).
3. Filatov Y.A., Yelagin V.I., Zacharov V.V. New Al-Mg-Sc alloys // Materials Science and Engineering A-Structural materials properties microstructure and processing. 2000. Vol. 280. № 1. P. 97–101. DOI: [10.1016/S0921-5093\(99\)00673-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00673-5).
4. Комкова Д.А., Волков А.Ю. Структура и текстура магния после низкотемпературной мегапластической деформации // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2017. № 3. С. 70–75. DOI: [10.18323/2073-5073-2017-3-70-75](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2017-3-70-75).
5. Nugmanov D.R., Islamgaliev R.K. Structure and mechanical properties of magnesium alloy AM60V after equal channel angular pressing and rolling // Metal Science and Heat Treatment. 2011. Vol. 53. № 1-2. P. 8–13. DOI: [10.1007/s11041-011-9333-y](https://doi.org/10.1007/s11041-011-9333-y).
6. Wang P., Buchmeiser M.R. Rechargeable magnesium-sulfur battery technology: state of the art and key challenges // Advanced Functional Materials. 2019. Vol. 29. № 49. Article number 1905248. DOI: [10.1002/adfm.201905248](https://doi.org/10.1002/adfm.201905248).
7. Волкова Е.Ф., Дуюнова В.А. О современных тенденциях развития магниевых сплавов // Технология легких сплавов. 2016. № 3. С. 94–105.
8. Тихоновский М.А., Шепелев А.Г., Кутний К.В., Немашкало О.В. Биоматериалы: анализ современных тенденций развития на основе данных об информационных потоках // Вопросы атомной науки и техники. 2008. № 1. С. 166–172.
9. Волков Д.А., Леонов А.А., Мухина И.Ю., Уридия З.П. Потенциал применения биоразлагаемых магниевых сплавов (обзор) // Труды ВИАМ. 2019. № 3. С. 35–43. DOI: [10.18577/2307-6046-2019-0-3-35-43](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2019-0-3-35-43).
10. Киселевский М.В., Анисимова Н.Ю., Полоцкий Б.Е., Мартыненко Н.С., Лукьянова Е.А., Ситдикова С.М., Добаткин С.В., Estrin Yu.Z. Биоразлагаемые магниевые сплавы – перспективные материалы медицинского назначения (Обзор) // Современные технологии в медицине. 2019. Т. 11. № 3. С. 146–157. DOI: [10.17691/stm2019.11.3.18](https://doi.org/10.17691/stm2019.11.3.18).
11. Хлусов И.А., Митриченко Д.В., Просолов А.Б., Николаева О.О., Слепченко Г.Б., Шаркеев Ю.П. Краткий обзор биомедицинских свойств и применения магниевых сплавов для биоинженерии костной // Бюллетень Сибирской медицины. 2019. Т. 18. № 2. С. 274–286. DOI: [10.20538/1682-0363-2019-2-274-286](https://doi.org/10.20538/1682-0363-2019-2-274-286).
12. Катышев С.Ф., Молодых А.С., Никоненко Е.А., Байкова Л.А. Интеграция научной и образовательной деятельности вуза: на материале опыта сравнительного анализа термического разложения Mg(NO₃)₂ • 6H₂O в атмосфере воздуха и перегретых водяных парах // Образование и наука. 2016. № 3. P. 57–69. DOI: [10.17853/1994-5639-2016-3-56-69](https://doi.org/10.17853/1994-5639-2016-3-56-69).
13. Haas I., Gedanken A. Synthesis of metallic magnesium nanoparticles by sonoelectrochemistry // Chemical Communications. 2008. Vol. 15. P. 1795–1797. DOI: [10.1039/b717670h](https://doi.org/10.1039/b717670h).
14. Першина Е.Д., Коханенко В.В., Маслюк Л.Н., Каздобин К.А. Трансформация энергии в воде и элек-

- тролитах, содержащих кислород // Электронная обработка материалов. 2012. Т. 48. № 1. С. 106–113.
- Мелер К.-Д., Лисовски Р. Электролит для гальванического осаждения алюминий-магниевых сплавов: патент РФ № RU 2347857, 2009. 2 с.
 - Saez V., Mason T.J. Sonoelectrochemical Synthesis of Nanoparticles // *Molecules*. 2009. Vol. 14. № 10. P. 4284–4299. DOI: [10.3390/molecules14104284](https://doi.org/10.3390/molecules14104284).
 - Viestfrid Yu., Levi M.D., Gofer Y., Aurbach D. Microelectrode studies of reversible Mg deposition in THF solutions containing complexes of alkylaluminum chlorides and dialkylmagnesium // *Journal of Electroanalytical Chemistry*. 2005. Vol. 576. № 2. P. 183–195. DOI: [10.1016/j.jelechem.2004.09.034](https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2004.09.034).
 - Park B., Ford H.O., Merrill L.C., Liu J., Murphy L.P., Schaefer J.L. Dual cation exchanged poly(ionic liquid)s as magnesium conducting electrolytes // *ACS Applied Polymer Materials*. 2019. Vol. 1. № 11. P. 2907–2913. DOI: [10.1021/acsapm.9b00614](https://doi.org/10.1021/acsapm.9b00614).
 - Qu X.H., Zhang Y., Rajput N.N., Jain A., Maginn E., Persson K.A. Computational Design of New Magnesium Electrolytes with Improved Properties // *Journal of Physical Chemistry*. 2017. Vol. 121. № 30. P. 16126–16136. DOI: [10.1021/acs.jpcc.7b04516](https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b04516).
 - Doe R.E., Han R., Hwang J., Gmitter A.J., Shterenberg I., Yoo H.D., Pour N., Aurbach D. Novel, electrolyte solutions comprising fully inorganic salts with high anodic stability for rechargeable magnesium batteries // *Chemical Communications*. 2014. Vol. 50. № 2. P. 243–245. DOI: [10.1039/C3CC47896C](https://doi.org/10.1039/C3CC47896C).
 - Haas I., Gedanken A. Synthesis of metallic magnesium nanoparticles by sonoelectrochemistry // *Chemical Communications*. 2008. № 15. P. 1795–1797. DOI: [10.1039/b717670h](https://doi.org/10.1039/b717670h).
- ### REFERENCES
- Volkova E.F., Duyunova V.A. On current tendencies in magnesium alloy development. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2016, no. 3, pp. 94–105.
 - Yang W., Tekumalla S., Gupta M. Cumulative Effect of Strength Enhancer-Lanthanum and Ductility Enhancer-Cerium on Mechanical Response of Magnesium. *Metals*, 2017, vol. 7, no. 7, article number 241. DOI: [10.3390/met7070241](https://doi.org/10.3390/met7070241).
 - Filatov Y.A., Yelagin V.I., Zacharov V.V. New Al-Mg-Sc alloys. *Materials Science and Engineering A-Structural materials properties microstructure and processing*, 2000, vol. 280, no. 1, pp. 97–101. DOI: [10.1016/S0921-5093\(99\)00673-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00673-5).
 - Komkova D.A., Volkov A.Yu. Magnesium structure and texture after the low-temperature megaplastic deformation. *Vektor nauki Tolyatinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2017, no. 3, pp. 70–75. DOI: [10.18323/2073-5073-2017-3-70-75](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2017-3-70-75).
 - Nugmanov D.R., Islamgaliev R.K. Structure and mechanical properties of magnesium alloy AM60V after equal channel angular pressing and rolling. *Metal Science and Heat Treatment*, 2011, vol. 53, no. 1-2, pp. 8–13. DOI: [10.1007/s11041-011-9333-y](https://doi.org/10.1007/s11041-011-9333-y).
 - Wang P., Buchmeiser M.R. Rechargeable magnesium-sulfur battery technology: state of the art and key challenges. *Advanced Functional Materials*, 2019, vol. 29, no. 49, article number 1905248. DOI: [10.1002/adfm.201905248](https://doi.org/10.1002/adfm.201905248).
 - Volkova E.F., Duyunova V.A. On current tendencies in magnesium alloy development. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2016, no. 3, pp. 94–105.
 - Tikhonovskiy M.A., Shepelev A.G., Kutniy K.V., Nemashkalo O.V. Biomaterials: analysis of current trends of development on the basis of information flow data. *Voprosy atomnoy nauki i tekhniki*, 2008, no. 1, pp. 166–172.
 - Volkov D.A., Leonov A.A., Mukhina I.Yu., Uridiya Z.P. Potential applications of biodegradable magnesium alloys (review). *Trudy VIAM*, 2019, no. 3, pp. 35–43. DOI: [10.18577/2307-6046-2019-0-3-35-43](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2019-0-3-35-43).
 - Kiselevskiy M.V., Anisimova N.Yu., Polotskiy B.E., Martynenko N.S., Lukyanova E.A., Sitdikova S.M., Dobatkin S.V., Estrin Yu.Z. Biodegradable Magnesium Alloys as Promising Materials for Medical Applications (Review). *Sovremennye tekhnologii v meditsine*, 2019, vol. 11, no. 3, pp. 146–157. DOI: [10.17691/stm2019.11.3.18](https://doi.org/10.17691/stm2019.11.3.18).
 - Khlusov I.A., Mitrichenko D.V., Prosolov A.B., Nikolaeva O.O., Slepchenko G.B., Sharkeev Yu.P. Short review of the biomedical properties and application of magnesium alloys for bone tissue bioengineering. *Byulleten Sibirskoy meditsiny*, 2019, vol. 18, no. 2, pp. 274–286. DOI: [10.20538/1682-0363-2019-2-274-286](https://doi.org/10.20538/1682-0363-2019-2-274-286).
 - Katyshev S.F., Molodykh A.S., Nikonenko E.A., Baykova L.A. Integration of Scientific and Educational University Work: Experience Of Comparative Analysis of the Thermal Decomposition of Mg(NO₃)₂ • 6H₂O in Air and Superheated Water Vapor. *Obrazovanie i nauka*, 2016, no. 3, pp. 57–69. DOI: [10.17853/1994-5639-2016-3-56-69](https://doi.org/10.17853/1994-5639-2016-3-56-69).
 - Haas I., Gedanken A. Synthesis of metallic magnesium nanoparticles by sonoelectrochemistry. *Chemical Communications*, 2008, vol. 15, pp. 1795–1797. DOI: [10.1039/b717670h](https://doi.org/10.1039/b717670h).
 - Pershina E.D., Kokhanenko V.V., Masliuk L.N., Kazdobin K.A. Energy transformation in water and oxygen-containing electrolytes. *Surface Engineering and Applied Electrochemistry*, 2012, vol. 48, no. 1, pp. 90–96.
 - Meler K.-D., Lisovski R. *Elektrolit dlya galvanicheskogo osazhdeniya alyuminiy-magnievyykh splavov* [The electrolyte for electroplating of aluminum-magnesium alloys], patent RF no. RU 2347857, 2009. 2 p.
 - Saez V., Mason T.J. Sonoelectrochemical Synthesis of Nanoparticles. *Molecules*, 2009, vol. 14, no. 10, pp. 4284–4299. DOI: [10.3390/molecules14104284](https://doi.org/10.3390/molecules14104284).
 - Viestfrid Yu., Levi M.D., Gofer Y., Aurbach D. Microelectrode studies of reversible Mg deposition in THF solutions containing complexes of alkylaluminum chlorides and dialkylmagnesium. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 2005, vol. 576, no. 2, pp. 183–195. DOI: [10.1016/j.jelechem.2004.09.034](https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2004.09.034).
 - Park B., Ford H.O., Merrill L.C., Liu J., Murphy L.P., Schaefer J.L. Dual cation exchanged poly(ionic liquid)s as magnesium conducting electrolytes. *ACS Applied Polymer Materials*, 2019, vol. 1, no. 11, pp. 2907–2913. DOI: [10.1021/acsapm.9b00614](https://doi.org/10.1021/acsapm.9b00614).

19. Qu X.H., Zhang Y., Rajput N.N., Jain A., Maginn E., Persson K.A. Computational Design of New Magnesium Electrolytes with Improved Properties. *Journal of Physical Chemistry*, 2017, vol. 121, no. 30, pp. 16126–16136. DOI: [10.1021/acs.jpcc.7b04516](https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b04516).
20. Doe R.E., Han R., Hwang J., Gmitter A.J., Shterenberg I., Yoo H.D., Pour N., Aurbach D. Novel, electrolyte solutions comprising fully inorganic salts with high anodic stability for rechargeable magnesium batteries. *Chemical Communications*, 2014, vol. 50, no. 2, pp. 243–245. DOI: [10.1039/C3CC47896C](https://doi.org/10.1039/C3CC47896C).
21. Haas I., Gedanken A. Synthesis of metallic magnesium nanoparticles by sonoelectrochemistry. *Chemical Communications*, 2008, no. 15, pp. 1795–1797. DOI: [10.1039/b717670h](https://doi.org/10.1039/b717670h).

Electrolytic production of magnesium coatings

© 2022

*Anastasiya M. Gnusina**¹, master of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”
*Natalya N. Gryzunova*², Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor,
 Professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: myripru@gmail.com

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8600-7566>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2802-9537>

Received 08.07.2021

Accepted 25.02.2022

Abstract: Magnesium, its compounds, and alloys arise recently the heightened interest among scientists all over the world. The interest in magnesium research is caused by its combination of many promising properties that find practical application in various sectors of the national economy. On an industrial scale, the bulk of magnesium is produced by the electrolysis from the melt. However, there is a problem with the environmental security of this process. This method is environmentally unfriendly since it is accompanied by the release of hazardous chlorine and organochlorine compounds into the environment. In some cases, the electrodeposition from solutions may serve as an alternative. The task to produce magnesium and magnesium-containing coatings using electrodeposition from solutions was already raised, but it is not yet possible to obtain a stable electrolyte that allows obtaining high-quality coatings. The authors propose an electrolyte in which isopropyl alcohol is used as a solvent. Magnesium-containing coatings were produced by electrodeposition on a conductive base. The authors prepared an electrolyte based on anhydrous magnesium sulfate. To increase the conductivity of the electrolyte, sodium, potassium, and calcium chlorides in different concentrations were added to the solution. The authors carried out the experimental studies of the effect of the electrolyte composition and electrodeposition modes on the morphology and elemental composition of magnesium-containing coatings. Electron microscopic studies and the studies of the elemental composition of samples by the energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometer show that the non-stationary (two-step) electrodeposition mode is the optimal one for producing magnesium coatings with a fine crystalline structure, low porosity, and high magnesium content.

Keywords: electrodeposition; magnesium; surface morphology; electrolyte composition.

Acknowledgments: The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Gnusina A.M., Gryzunova N.N. Electrolytic production of magnesium coatings. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 24–30. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-1-24-30](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-1-24-30).

Влияние режима сварки трением с перемешиванием на термическую стабильность сплава АД33

© 2022

Калиненко Александр Андреевич^{*1}, аспирант

Миронов Сергей Юрьевич², доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник

Высоцкий Игорь Васильевич³, кандидат технических наук, младший научный сотрудник

Малофеев Сергей Сергеевич⁴, кандидат технических наук, научный сотрудник

Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород (Россия)

*E-mail: kalinenko@bsu.edu.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7534-0542>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2202-1518>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4376-5535>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9145-3723>

Поступила в редакцию 27.07.2021

Принята к публикации 04.02.2022

Аннотация: Сварка трением с перемешиванием (СТП) представляет собой инновационную технологию твердофазного соединения металлических материалов. Она позволяет получать неразъемные соединения материалов, традиционно считающихся несвариваемыми, в частности алюминиевых сплавов. К сожалению, существенным недостатком СТП является относительно низкая термическая стабильность микроструктуры сварных соединений. В частности, в ходе послесварочной термической обработки швов в них нередко наблюдается аномальный рост зерен. Этот нежелательный феномен обычно трактуется в рамках так называемой «ячеистой» теории Хамфри, в соответствии с которой аномальное поведение связано с существенным измельчением микроструктуры, а также растворением частиц вторичных фаз, которые обычно имеют место в ходе СТП. Поскольку оба этих процесса существенно зависят от температуры, было сделано предположение, что термическая стабильность СТП-швов также должна быть связана с термическим режимом СТП. Для проверки этой гипотезы было получено два сварных соединения при различных термических условиях, а затем исследовано их микроструктурное поведение в ходе термической обработки по режиму Т6 (включавшей в себя обработку на твердый раствор и последующее искусственное старение). Для проведения микроструктурных исследований был привлечен передовой метод ориентационной микроскопии (так называемый EBSD-анализ). В полном соответствии с исходным предположением было показано, что эволюция микроструктуры в двух исследованных микроструктурных состояниях существенно различается. В частности, установлено, что снижение температуры СТП способствует подавлению аномального роста зерен. Выдвинуто предположение, что повышенная термическая стабильность материала связана с сохранением частиц вторичных фаз при низкотемпературной СТП.

Ключевые слова: сварка трением с перемешиванием; аномальный рост зерен; термически упрочняемые алюминиевые сплавы.

Благодарности: Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Научного Фонда (проект № 19-49-02001) с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"».

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Калиненко А.А., Миронов С.Ю., Высоцкий И.В., Малофеев С.С. Влияние режима сварки трением с перемешиванием на термическую стабильность сплава АД33 // Frontier Materials and Technologies. 2022. № 1. С. 31–39. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-31-39.

ВВЕДЕНИЕ

Сварка трением с перемешиванием (СТП) представляет собой инновационную технологию твердофазного соединения металлических материалов (т. е. без перевода их в расплав) [1]. Ее суть заключается во введении специального сварочного инструмента, вращающегося с очень большой угловой скоростью, в стык между двумя свариваемыми листами и его последующего перемещения вдоль этого стыка. В ходе своего вращения инструмент механически перемешивает свариваемый материал, осуществляя таким образом сварку в твердом виде. Сочетание вращательного и трансляционного видов перемещения инструмента приводит к характерной асимметрии СТП-процесса. В частности, сторона, на которой направления этих перемещений совпадают,

называется стороной набегания; противоположная сторона именуется стороной отвода. К ключевым параметрам СТП обычно относят скорость вращения инструмента и скорость его горизонтального перемещения [1]. Считается, что именно эти две характеристики определяют пиковую температуру и скорость охлаждения и, таким образом, обуславливают тепловую энергию процесса.

Твердофазный характер СТП позволяет избежать образования нежелательной литой структуры в зоне сварного шва. В результате данный вид сварки обеспечивает получение высококачественных сварных соединений даже в материалах, которые ранее считались непригодными для сваривания, в частности в термически упрочняемых алюминиевых сплавах [1]. Более того, вследствие специфических особенностей данной технологии, свариваемый материал подвергается очень

большим пластическим деформациям при повышенных температурах. Это обычно ведет к формированию мелкозернистой рекристаллизованной микроструктуры.

Важно отметить, что, хотя СТП осуществляется в твердофазном состоянии, температура процесса обычно превышает $\approx 0,5 T_{пл}$ (где $T_{пл}$ – гомологическая температура плавления). В термически упрочняемых алюминиевых сплавах это обычно ведет к растворению частиц вторичных фаз и сопутствующему снижению прочности материала. Одним из способов восстановления прочностных характеристик СТП-швов является их перезакалка с последующим искусственным старением. Однако предыдущие исследования в этой области показали, что высокотемпературная обработка СТП-соединений часто ведет к аномальному росту зерен в области сварного шва. Этот нежелательный феномен наблюдается как в алюминиевых сплавах различных серий, включая 1xxx [2; 3], 2xxx [4–6], 5xxx [7], 6xxx [8–10] и 7xxx [11–13], так и в магниевых сплавах [14–16], некоторых сталях [17; 18] и даже композитах с металлической матрицей [19]. Исходя из этого, можно предположить, что относительно низкая термическая стабильность является характерной для СТП-соединений в целом.

Несмотря на то, что феномен аномального роста зерен известен уже на протяжении очень длительного времени, механизм этого интересного явления до сих пор не вполне ясен. Интенсивные исследования последних лет показали, что этот процесс развивается очень неоднородно внутри зоны сварного шва. В частности, первые признаки аномального роста зерен обычно наблюдаются в периферийных областях зоны перемешивания, в первую очередь в приповерхностном слое [6; 20; 21]. Предполагается, что данный эффект связан с очень специфической микроструктурой, формирующейся в этих областях в ходе СТП [11].

В работах [21–23] аномальный рост зерен в СТП-швах объясняется в рамках ячеистой модели Хамфри [24]. Согласно этой теории, данный эффект является следствием значительного измельчения микроструктуры и растворения частиц вторичных фаз, имеющих место в ходе СТП. Поскольку интенсивность обоих процессов определяется температурой сварки, то, исходя из литературных данных, была выдвинута гипотеза о наличии связи между режимами СТП и последующей склонностью материала СТП-шва к аномальному росту зерен. Насколько известно авторам, данный вопрос ранее не исследовался.

Цель работы – установление влияния режимов сварки трением с перемешиванием на термическую стабильность структуры сварного соединения в ходе его последующей перезакалки.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала исследования использовался промышленный термически упрочняемый алюминиевый сплав АД33 (международное обозначение AA6061). Сплав был получен методом полунепрерывного литья, гомогенизирован при 580 °С в течение 1 ч, а затем экструдирован при той же температуре до 75 % обжатия. Для выделения частиц вторичных фаз экструдированный материал был подвергнут термической обработке по режиму Т6, т. е. отожжен при 540 °С в течение 1 ч с последующей закалкой в воду, а затем подвергнут

старению при 160 °С в течение 8 ч. В результате данной обработки сформировалась относительно грубозернистая микроструктура с высоким содержанием нанокристаллических частиц β'' -фазы, равномерно распределенных в интерьере зерен. Это микроструктурное состояние было обозначено как основной материал.

Листы основного материала толщиной 3 мм были сварены встык вдоль направления экструзии на СТП-машине AccurStir 1004. Сварочный инструмент был изготовлен из инструментальной стали и состоял из плечиков диаметром 12,5 мм и пина высотой 2,7 мм с конической метрической резьбой М5. Угол наклона инструмента относительно нормали к поверхности свариваемых пластин составлял 2,5°. СТП осуществлялась по двум режимам, соответствующим высоко- и низкотемпературным условиям сварки (таблица 1). Термический цикл СТП измерялся посредством термопар К-типа.

Для описания процесса СТП использовалась система координат, включавшая в себя направление сварки, поперечное направление и направление нормали к плоскости свариваемых листов.

С целью изучения термической стабильности микроструктуры СТП-швов, последние были подвергнуты термической обработке по режиму Т6.

Микроструктурные исследования проводились методами ориентационной микроскопии (в международной литературе он также известен как EBSD-анализ), а также просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Образцы для EBSD вырезались таким образом, чтобы исследуемая поверхность была перпендикулярна направлению сварки. Подготовка образцов осуществлялась с использованием обычных металлографических методик, т. е. предварительной механической полировкой и финальной электрополировкой в стандартном электролите А2 (78 мл HClO_4 , 90 мл H_2O , 730 мл $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, 100 мл $\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2$) при комнатной температуре и напряжении 14 В. EBSD-анализ проводился на растровом электронном микроскопе FEI Quanta 600 с использованием программного обеспечения TSL OIM™.

Образцы для ПЭМ вырезались из центральной части зоны перемешивания, механически утонялись до толщины ≈ 100 мкм, а затем подвергались электролитической полировке на установке TenuPol-5 фирмы Struers в растворе 30 % HNO_3 +70 % CH_3OH при температуре –32 °С. Исследование микроструктуры осуществлялось на просвечивающем электронном микроскопе JEOL JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Влияние режима СТП на термический цикл сварки приведено на рис. 1 а. Видно, что разница пиковых температур между низко- и высокотемпературными режимами составляла всего около 100 °С.

Однако, как следует из результатов моделирования равновесного фазового состава с использованием программного пакета ThermoCalc, это способствовало принципиальному различию в поведении упрочняющей вторичной фазы Mg_2Si (рис. 1 б). В частности, в низкотемпературном шве имело место выделение упрочняющей β -фазы, в то время как в высокотемпературном сварном соединении данная фаза была близка к полному растворению.

Таблица 1. Режимы сварки трением с перемешиванием
Table 1. Friction stir welding conditions

Режим	Частота вращения инструмента, об/мин	Скорость сварки, мм/мин
Низкотемпературный	500	380
Высокотемпературный	1100	125

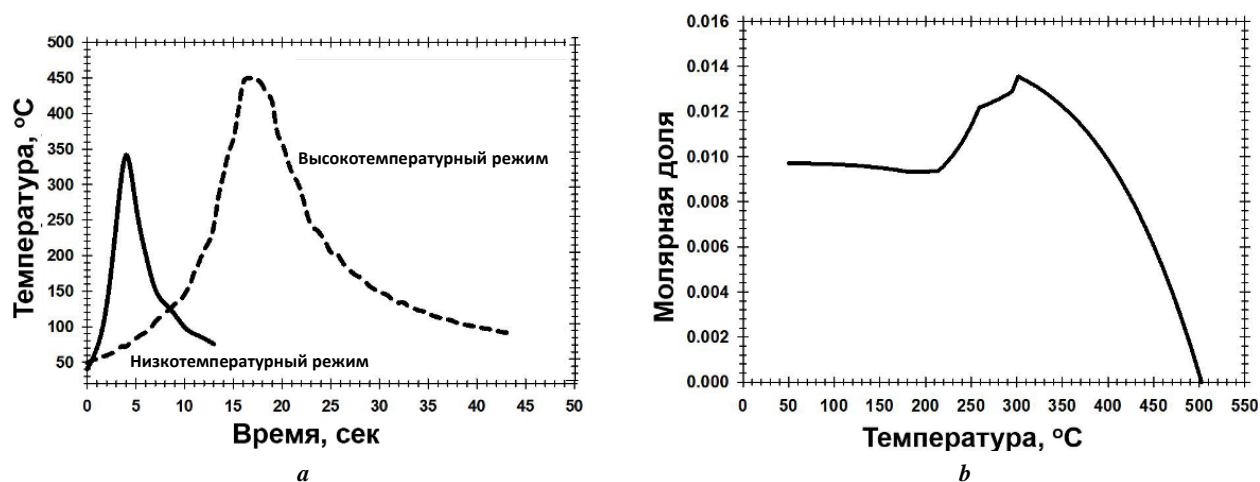


Рис. 1. Влияние режима сварки трением с перемешиванием на термический цикл (а) и зависимость удельной доли фазы Mg_2Si (т. е. β -фазы), вычисленная посредством программы ThermoCalc (б)

Fig. 1. The influence of friction stir welding conditions on a thermal cycle (a) and the dependence of the specific Mg_2Si phase share (i.e. β -phase) on the temperature calculated by ThermoCalc software (b)

Панорамные EBSD-карты макроструктур низко- и высокотемпературного режимов СТП представлены на рис. 2. В обоих случаях было выявлено образование четкой зоны перемешивания, в которой имело место существенное измельчение зеренной структуры.

Высокоразрешающие EBSD-карты микроструктур, сформировавшихся в центральной части зоны перемешивания обоих швов, приведены на рис. 3. Ключевые параметры микроструктур представлены в таблице 2.

В обоих исследованных случаях микроструктуры характеризовались преобладанием относительно мелких зерен, содержащих развитую сетку субгранц (рис. 3). В зависимости от конкретного режима сварки средний размер зерен варьировался от 2 до 9 мкм, доля большеугловых гранц – от 68 до 81 % (таблица 2).

Частицы вторичных фаз исследовались посредством ПЭМ. Типичные микрофотографии, полученные с центральной части зоны перемешивания, приведены на рис. 4.

Низкотемпературный шов характеризовался наличием высокой объемной доли относительно крупных равноосных частиц (рис. 4 а). С другой стороны, в высокотемпературном шве имело место практически полное растворение дисперсоидов (рис. 4 б) в полном соответствии с результатами моделирования на ThermoCalc (рис. 1 б).

Панорамные EBSD-карты макроструктур, сформировавшихся после перезакалки, представлены на рис. 5.

Данные макроструктуры характеризуются преобладанием относительно крупных зерен неправильной формы. Эта крупнозернистая структура имеет наиболее ярко выраженный характер в высокотемпературном шве (рис. 5 б).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Взаимосвязь между режимами СТП и сформировавшейся микроструктурой

Во всех случаях в микроструктуре, сформировавшейся непосредственно в ходе СТП, преобладали относительно мелкие зерна, содержавшие развитую субзеренную структуру. Подобные микроструктуры являются типичными для СТП-швов алюминиевых сплавов, и, как общепринято считать, их формирование является следствием непрерывной динамической рекристаллизации, имеющей место в ходе СТП [1; 3].

В полном соответствии с ожиданиями снижение температуры СТП способствовало усилению эффекта измельчения микроструктуры (рис. 3, таблица 2). Кроме того, это также привело к повышению доли большеугловых гранц (таблица 2). Последний эффект был,

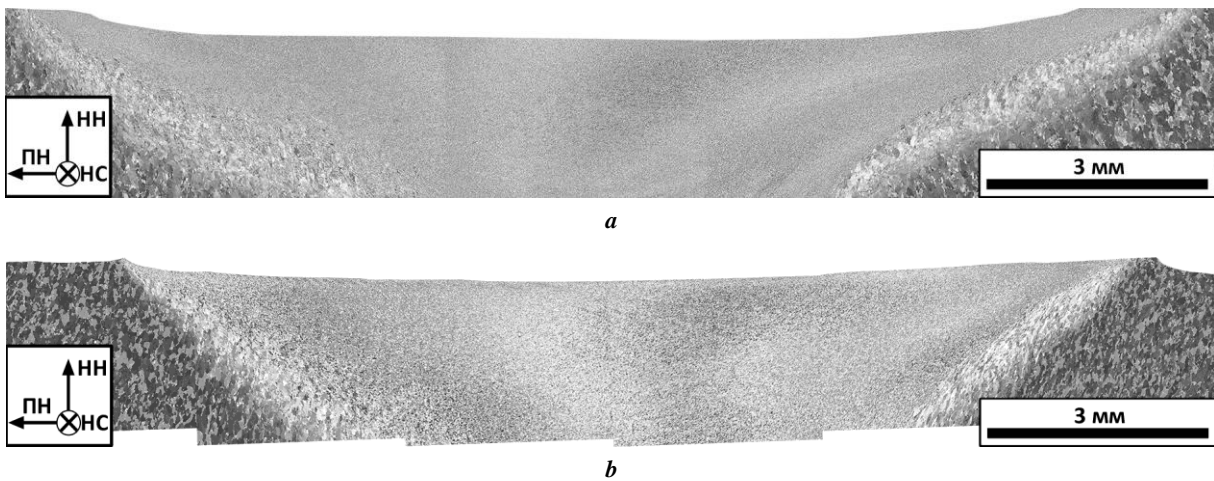


Рис. 2. Панорамные EBSD-карты, иллюстрирующие макроструктуру поперечного сечения сварных соединений:
a – низкотемпературный режим; **b** – высокотемпературный режим.
 Система координат: HC – направление сварки; PH – поперечное направление;
 HH – направление нормали к плоскости свариваемых листов

Fig. 2. Panoramic EBSD maps illustrating the cross section macrostructure of a welded joint:
a – low-temperature mode; **b** – high-temperature mode.
 Coordinates system: HC – welding progression; PH – cross section;
 HH – normal direction against the plane of welded sheets

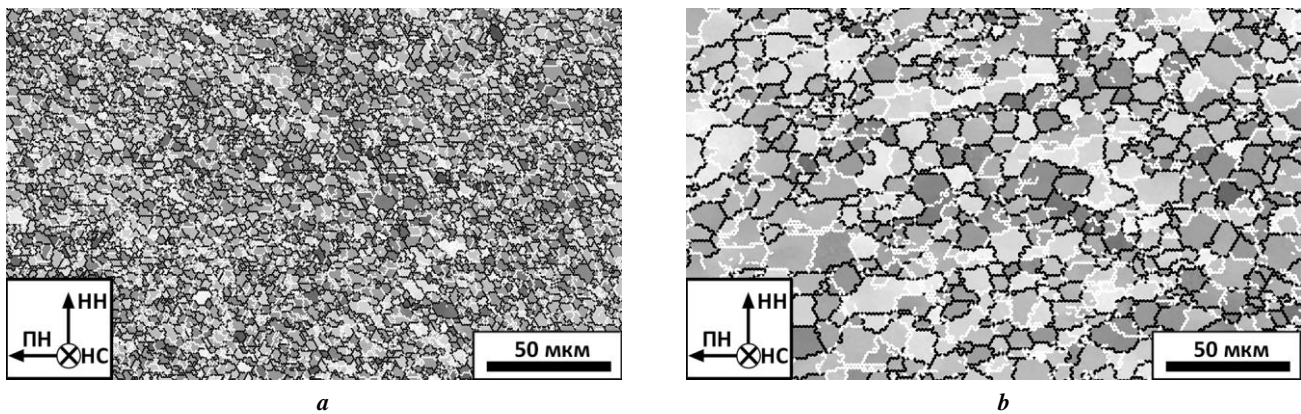


Рис. 3. Высокорастворяющие EBSD-карты, иллюстрирующие микроструктуру центральной части зоны перемешивания:
a – низкотемпературный режим; **b** – высокотемпературный режим.

На всех картах малоугловые границы ($\theta < 15^\circ$) и большеугловые границы ($\theta \geq 15^\circ$) обозначены белыми и черными линиями соответственно.

Система координат: HC – направление сварки; PH – поперечное направление;
 HH – направление нормали к плоскости свариваемых листов

Fig. 3. High-resolution EBSD maps illustrating the microstructure of a stir zone central part:
a – low-temperature mode; **b** – high-temperature mode.

In all maps, white lines denote low-angle boundaries ($\theta < 15^\circ$) and black lines denote high-angle boundaries ($\theta \geq 15^\circ$).
 Coordinates system: HC – welding progression; PH – cross section;
 HH – normal direction against the plane of welded sheets

Таблица 2. Микроструктурные характеристики зоны перемешивания
Table 2. Microstructural characteristics of a stir zone

Режим	Средний размер зерна, мкм	Доля большеугловых границ, %
Низкотемпературный	2,5±0,6	81
Высокотемпературный	8,5±3,0	68

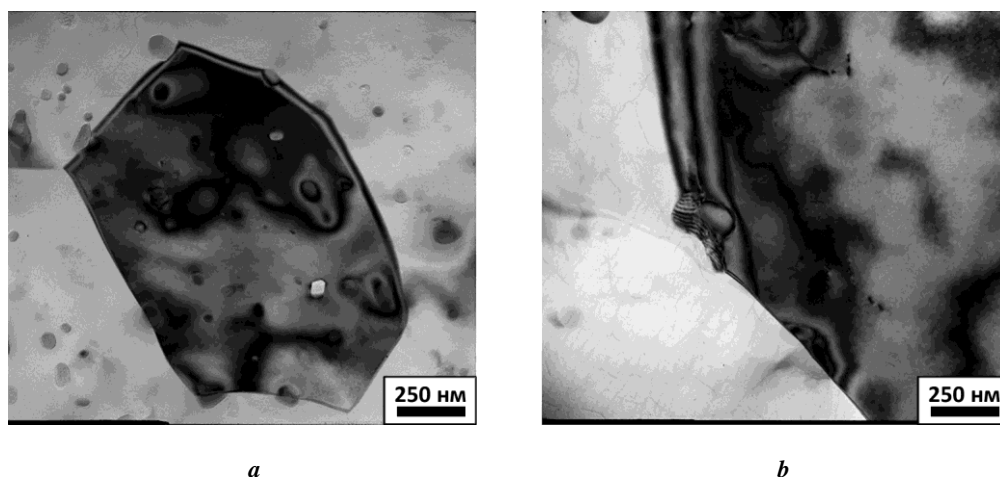


Рис. 4. Микрофотографии просвечивающей электронной микроскопии, иллюстрирующие частицы вторичных фаз в зоне перемешивания: **a** – низкотемпературный режим; **b** – высокотемпературный режим
Fig. 4. TEM-photomicrographs illustrating the second-phase particles in the stir zone:
a – low-temperature mode; **b** – high-temperature mode

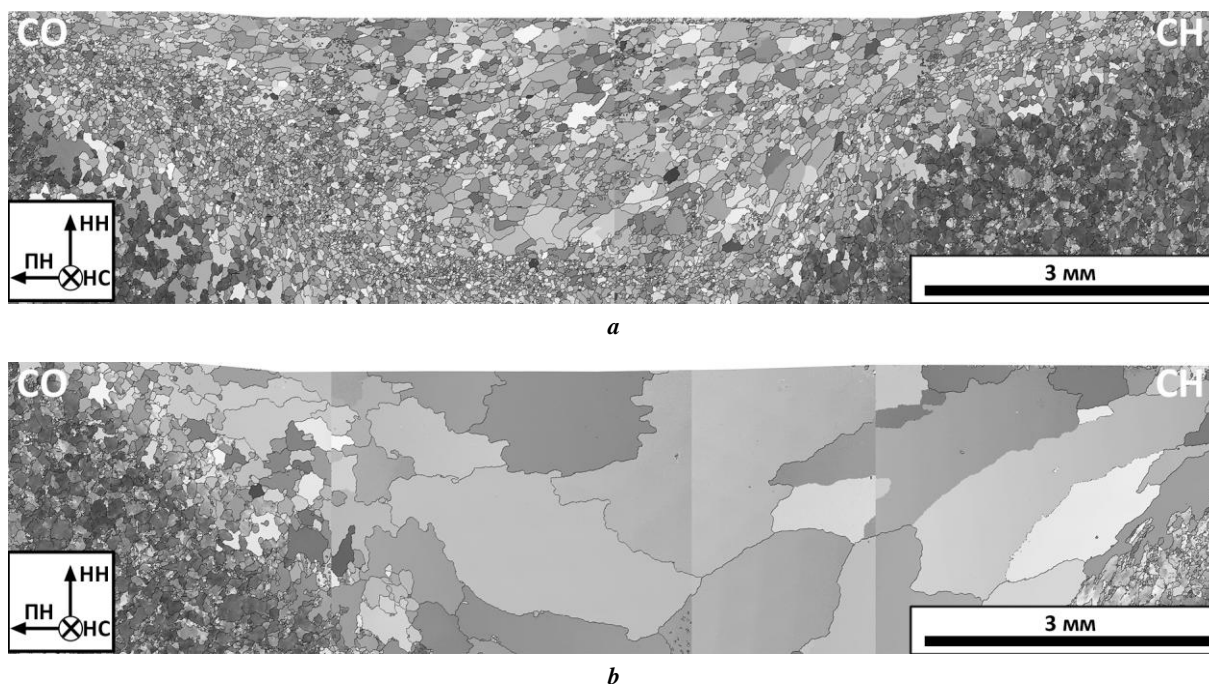


Рис. 5. Панорамные EBSD-карты, иллюстрирующие макроструктуру поперечного сечения сварных соединений, подвергнутых послесварочной термообработке по режиму T6:
a – низкотемпературный режим; **b** – высокотемпературный режим.
 На всех EBSD-картах большеугловые границы обозначены черными линиями.
 Система координат: HC – направление сварки; PH – поперечное направление;
 HH – направление нормали к плоскости свариваемых листов
Fig. 5. Panoramic EBSD maps illustrating the cross section macrostructure of welded joints postweld heat treated under the T6 mode: **a** – low-temperature mode; **b** – high-temperature mode.
 In all EBSD maps, black lines denote high-angle boundaries.
 Coordinates system: HC – welding progression; PH – cross section;
 HH – normal direction against the plane of welded sheets

вероятно, связан с активизацией процессов возврата в условиях высокотемпературной деформации, которые способствовали снижению плотности свободных дислокаций и тем самым замедляли эволюцию границ деформационного происхождения.

Важным следствием снижения температуры СТП стало повышение объемной доли частиц вторичных фаз. Исходя из результатов моделирования равновесного фазового состава в ThermoCalc (рис. 2 б), можно предположить, что данный результат был связан с растворением частиц в высокотемпературном шве и их выделением в низкотемпературном шве.

Как показано на рис. 5, перезакалка сварных швов привела к значительному огрублению зеренной структуры. Учитывая существенную неоднородность зерен по размерам, а также их аномально крупную величину, можно сделать вывод, что рост зерен носил аномальный характер. Важно подчеркнуть, что финальная микроструктура, сформировавшаяся в ходе перезакалки, в значительной мере зависела от условий СТП.

В частности, в низкотемпературном сварном соединении финальный размер аномальных зерен был относительно небольшим (рис. 5 а), в то время как в высокотемпературном шве зерна достигали величины около 3 мм (рис. 5 б). Таким образом, снижение температуры СТП обеспечивало формирование относительно мелкозернистой структуры в ходе последующей термической обработки. Иными словами, исходная гипотеза данной работы полностью подтвердилась.

Карты EBSD, полученные из центральной части зоны перемешивания исследованных СТП-соединений,

приведены на рис. 6. Во всех случаях сформировавшаяся микроструктура была очень неоднородной и разница в размерах зерен достигала одного порядка. Важно отметить наличие «островков» исходной мелкозернистой микроструктуры (несколько примеров указаны стрелками), которые свидетельствовали об аномальном характере процесса роста зерен.

Наличие относительно мелкозернистой микроструктуры в низкотемпературном СТП-соединении (рис. 6 а) свидетельствует о более или менее конкурентном характере процесса роста зерен. Таким образом, на основе данного результата можно предположить, что снижение температуры СТП должно способствовать подавлению аномального характера роста зерна.

Поскольку в данной работе исследовался термически упрочняемый сплав, то можно допустить, что данный феномен так или иначе связан с частицами вторичных фаз. Скорее всего, сохранение значительной объемной доли частиц в низкотемпературном шве в ходе СТП (рис. 4 а) обеспечивает повышенную термическую стабильность сформировавшейся микроструктуры.

Кроме аномального роста зерен в зоне перемешивания существенные микроструктурные изменения также были обнаружены в других областях СТП-швов. В частности, в области, непосредственно примыкающей к зоне перемешивания (в международной литературе этот микроструктурный регион известен как зона термомеханического влияния), было выявлено формирование относительно мелкозернистой микроструктуры (рис. 5). Данный эффект был наиболее ярко выражен на стороне отвода низкотемпературного сварного соединения (рис. 5 а).

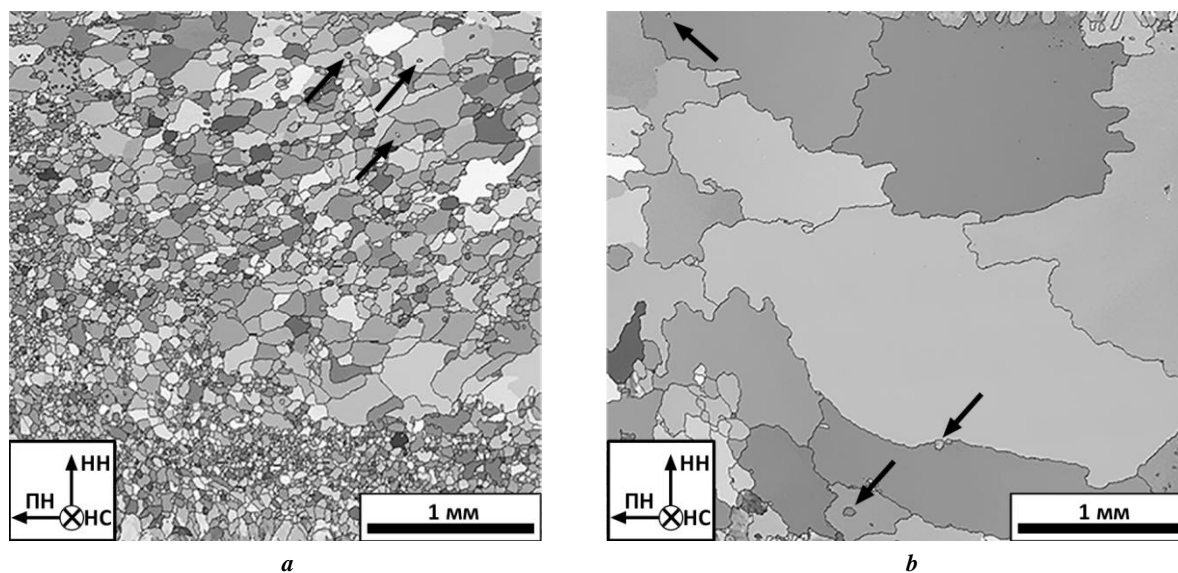


Рис. 6. EBSD-карты, иллюстрирующие микроструктуру зоны перемешивания сварных соединений, подвергнутых послесварочной термообработке по режиму Т6:

а – низкотемпературный режим; **б** – высокотемпературный режим.
Стрелками обозначены «островки» исходной мелкозернистой микроструктуры.
Система координат: HC – направление сварки; PH – поперечное направление;
HH – направление нормали к плоскости свариваемых листов

Fig. 6. EBSD maps illustrating the stir zone microstructure of welded joints postweld heat treated under the T6 mode: **a** – low-temperature mode; **b** – high-temperature mode.

Arrows denote the “islands” of the initial fine-grained microstructure.
Coordinates system: HC – welding progression; PH – cross section;
HH – normal direction against the plane of welded sheets

Согласно литературным данным, в ходе СТП материал в зоне термомеханического влияния подвергается относительно небольшим деформациям при сравнительно низких температурах [1; 25]. Как следствие, динамическая рекристаллизация в этой микроструктурной области протекает не в полной мере, и, таким образом, материал характеризуется относительно высокой плотностью остаточных дислокаций. В этой связи можно предположить, что в ходе послесварочной термической обработки в зоне термомеханического влияния развивается статическая рекристаллизация, которая и приводит к образованию относительно мелкозернистой микроструктуры.

При относительно низких температурах СТП ожидается образование сравнительно высокой плотности дислокаций, что, в свою очередь, должно приводить к более бурному развитию рекристаллизационных процессов в ходе последующего отжига материала. Данная гипотеза вполне согласуется с образованием протяженной рекристаллизованной области в низкотемпературном шве (рис. 5 а).

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Сварка трением с перемешиванием (СТП) приводит к существенному измельчению микроструктуры сварных швов. Установлено, что снижение температуры СТП путем варьирования таких параметров сварки, как частота вращения сварочного инструмента и скорость сварки, способствует усилению эффекта измельчения микроструктуры.

Термическая обработка сварных соединений, полученных посредством СТП, приводит к аномальному росту зерен. Данный процесс в значительной мере зависит от температурных условий сварки. В частности, снижение температуры СТП способствует его подавлению.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Mishra R.S., Ma Z.Y. Friction stir welding and processing // *Materials Science and Engineering R: Reports*. 2005. Vol. 50. № 1-2. P. 1–78P. DOI: [10.1016/j.mser.2005.07.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2005.07.001).
- Sato Y.S., Watanabe H., Kokawa H. Grain growth phenomena in friction stir welded 1100 Al during post-weld heat treatment // *Science and Technology of Welding and Joining*. 2007. Vol. 12. № 4. P. 318–323. DOI: [10.1179/174329307X197575](https://doi.org/10.1179/174329307X197575).
- Sarkari Khorrami M., Saito N., Miyashita Y. Texture and strain-induced abnormal grain growth in cryogenic friction stir processing of severely deformed aluminum alloy // *Materials Characterization*. 2019. Vol. 151. P. 378–389. DOI: [10.1016/j.matchar.2019.03.010](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.03.010).
- Zuiko I.S., Mironov S., Betsofen S., Kaibyshev R. Suppression of abnormal grain growth in friction-stir welded Al-Cu-Mg alloy by lowering of welding temperature // *Scripta Materialia*. 2021. Vol. 196. Article number 113765. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2021.113765](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2021.113765).
- Safarkhanian M.A., Goodarzi M., Boutorabi S.M.A. Effect of abnormal grain growth on tensile strength of Al-Cu-Mg alloy friction stir welded joints // *Journal of materials science*. 2009. Vol. 44. № 20. P. 5452–5458. DOI: [10.1007/s10853-009-3735-x](https://doi.org/10.1007/s10853-009-3735-x).
- Pang Q., Zhang J.H., Huq M.J., Hu Z.L. Characterization of microstructure, mechanical properties and formability for thermomechanical treatment of friction stir welded 2024-O alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 765. Article number 138303. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138303](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138303).
- Liu F.C., Ma Z.Y., Chen L.Q. Low-temperature superplasticity of Al-Mg-Sc alloy produced by friction stir processing // *Scripta Materialia*. 2009. Vol. 60. № 11. P. 968–971. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2009.02.021](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.02.021).
- Kalinenko A., Vysotskiy I., Malopheyev S., Gazizov M., Mironov S., Kaibyshev R. Suppression of abnormal grain growth in friction-stir welded aluminum by pre-strain rolling: Limitation of the approach // *Materials Science and Engineering: A*. 2022. Vol. 832. Article number 142388. DOI: [10.1016/j.msea.2021.142388](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142388).
- Baghdadi A.H., Sajuri Z., Omar M.Z., Rajabi A. Friction Stir Welding Parameters: Impact of Abnormal Grain Growth during Post-Weld Heat Treatment on Mechanical Properties of Al-Mg-Si Welded Joints // *Metals*. 2020. Vol. 10. № 12. P. 1–18. DOI: [10.3390/met10121607](https://doi.org/10.3390/met10121607).
- Kalinenko A., Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R. New insight into the phenomenon of the abnormal grain growth in friction-stir welded aluminum // *Materials Letters*. 2021. Vol. 302. Article number 130407. DOI: [10.1016/j.matlet.2021.130407](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130407).
- Lezaack M.B., Simar A. Avoiding abnormal grain growth in thick 7XXX aluminium alloy friction stir welds during T6 post heat treatments // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 807. Article number 140901. DOI: [10.1016/j.msea.2021.140901](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140901).
- Yadav D., Bauri R., Chawake N. Fabrication of Al-Zn solid solution via friction stir processing // *Materials Characterization*. 2018. Vol. 136. P. 221–228. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.12.022](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.12.022).
- Hou Y.F., Liu C.Y., Zhang B., Wei L.L., Dai H.T., Ma Z.Y. Mechanical properties and corrosion resistance of the fine grain structure of Al-Zn-Mg-Sc alloys fabricated by friction stir processing and post-heat treatment // *Materials Science and Engineering: A*. 2020. Vol. 785. Article number 139393. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139393](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139393).
- Han G., Lee K., Yoon J.-Y., Na T.-W., Ahn K., Kang M.-J., Jun T.-S. Effect of post-weld heat treatment on mechanical properties of local weld-affected zones in friction stir welded AZ31 plates // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 805. Article number 140809. DOI: [10.1016/j.msea.2021.140809](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140809).
- Morisada Y., Fujii H., Nagaoka T., Fukusumi M. Effect of friction stir processing with SiC particles on microstructure and hardness of AZ31 // *Materials Science and Engineering: A*. 2006. Vol. 433. № 1-2. P. 50–54. DOI: [10.1016/j.msea.2006.06.089](https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.06.089).
- Wang W., Han P., Peng P., Guo H., Huang L., Qiao K., Hai M., Yang Q., Wang H., Wang K., Wang L. Superplastic deformation behavior of fine-grained AZ80 magnesium alloy prepared by friction stir processing // *Journal of Materials Research and Technology*. 2020. Vol. 9. № 3. P. 5252–5263. DOI: [10.1016/j.jmrt.2020.03.052](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.03.052).
- Sun Y., Fujii H. Effect of abnormal grain growth on microstructure and mechanical properties of friction stir welded SPCC steel plates // *Materials Science and Engineering: A*. 2017. Vol. 694. P. 81–92. DOI: [10.1016/j.msea.2017.04.008](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.008).

18. Li Y.J., Fu R.D., Du D.X., Jing L.J., Sang D.L., Wang Y.P. Effect of post-weld heat treatment on microstructures and properties of friction stir welded joint of 32Mn–7Cr–1Mo–0.3N steel // *Science and Technology of Welding and Joining*. 2015. Vol. 20. № 3. P. 229–235. DOI: [10.1179/1362171815Y.0000000001](https://doi.org/10.1179/1362171815Y.0000000001).
 19. Khodabakhshi F., Simchi A., Kokabi A.H., Gerlich A.P., Nosko M. Effects of post-annealing on the microstructure and mechanical properties of friction stir processed Al–Mg–TiO₂ nanocomposites // *Materials & Design*. 2014. Vol. 63. P. 30–41. DOI: [10.1016/j.matdes.2014.05.065](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.065).
 20. Guo J., Lee B.Y., Du Z., Bi G., Tan M.J., Wei J. Effect of nano-particle addition on grain structure evolution of friction stir-processed Al 6061 during postweld annealing // *JOM*. 2016. Vol. 68. № 8. P. 2268–2273. DOI: [10.1007/s11837-016-1991-1](https://doi.org/10.1007/s11837-016-1991-1).
 21. Attallah M.M., Salem H.G. Friction stir welding parameters: a tool for controlling abnormal grain growth during subsequent heat treatment // *Materials Science and Engineering: A*. 2005. Vol. 391. № 1-2. P. 51–59. DOI: [10.1016/j.msea.2004.08.059](https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.08.059).
 22. Mironov S., Masaki K., Sato Y.S., Kokawa H. Relationship between material flow and abnormal grain growth in friction-stir welds // *Scripta Materialia*. 2012. Vol. 67. № 12. P. 983–986. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2012.09.002](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.09.002).
 23. Hassan Kh.A.A., Norman A.F., Price D.A., Prangnell P.B. Stability of nugget zone grain structures in high strength Al-alloy friction stir welds during solution treatment // *Acta Materialia*. 2003. Vol. 51. № 7. P. 1923–1936. DOI: [10.1016/S1359-6454\(02\)00598-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00598-0).
 24. Humphreys F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—II. The effect of second-phase particles // *Acta Materialia*. 1997. Vol. 45. № 12. P. 5031–5039. DOI: [10.1016/S1359-6454\(97\)00173-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00173-0).
 25. Jacquin D., Guillemot G. A review of microstructural changes occurring during FSW in aluminium alloys and their modelling // *Journal of Materials Processing Technology*. 2021. Vol. 288. Article number 116706. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2020.116706](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116706).
- REFERENCES**
1. Mishra R.S., Ma Z.Y. Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering R: Reports*, 2005, vol. 50, no. 1-2, pp. 1–78P. DOI: [10.1016/j.mserr.2005.07.001](https://doi.org/10.1016/j.mserr.2005.07.001).
 2. Sato Y.S., Watanabe H., Kokawa H. Grain growth phenomena in friction stir welded 1100 Al during post-weld heat treatment. *Science and Technology of Welding and Joining*, 2007, vol. 12, no. 4, pp. 318–323. DOI: [10.1179/174329307X197575](https://doi.org/10.1179/174329307X197575).
 3. Sarkari Khorrami M., Saito N., Miyashita Y. Texture and strain-induced abnormal grain growth in cryogenic friction stir processing of severely deformed aluminum alloy. *Materials Characterization*, 2019, vol. 151, pp. 378–389. DOI: [10.1016/j.matchar.2019.03.010](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.03.010).
 4. Zuiko I.S., Mironov S., Betsofen S., Kaibyshev R. Suppression of abnormal grain growth in friction-stir welded Al–Cu–Mg alloy by lowering of welding temperature. *Scripta Materialia*, 2021, vol. 196, article number 113765. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2021.113765](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2021.113765).
 5. Safarkhanian M.A., Goodarzi M., Boutorabi S.M.A. Effect of abnormal grain growth on tensile strength of Al–Cu–Mg alloy friction stir welded joints. *Journal of materials science*, 2009, vol. 44, no. 20, pp. 5452–5458. DOI: [10.1007/s10853-009-3735-x](https://doi.org/10.1007/s10853-009-3735-x).
 6. Pang Q., Zhang J.H., Huq M.J., Hu Z.L. Characterization of microstructure, mechanical properties and formability for thermomechanical treatment of friction stir welded 2024-O alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 765, article number 138303. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138303](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138303).
 7. Liu F.C., Ma Z.Y., Chen L.Q. Low-temperature superplasticity of Al–Mg–Sc alloy produced by friction stir processing. *Scripta Materialia*, 2009, vol. 60, no. 11, pp. 968–971. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2009.02.021](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2009.02.021).
 8. Kalinenko A., Vysotskiy I., Malopheyev S., Gazizov M., Mironov S., Kaibyshev R. Suppression of abnormal grain growth in friction-stir welded aluminum by pre-strain rolling: Limitation of the approach. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, vol. 832, article number 142388. DOI: [10.1016/j.msea.2021.142388](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142388).
 9. Baghdadi A.H., Sajuri Z., Omar M.Z., Rajabi A. Friction Stir Welding Parameters: Impact of Abnormal Grain Growth during Post-Weld Heat Treatment on Mechanical Properties of Al–Mg–Si Welded Joints. *Metals*, 2020, vol. 10, no. 12, pp. 1–18. DOI: [10.3390/met10121607](https://doi.org/10.3390/met10121607).
 10. Kalinenko A., Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R. New insight into the phenomenon of the abnormal grain growth in friction-stir welded aluminum. *Materials Letters*, 2021, vol. 302, article number 130407. DOI: [10.1016/j.matlet.2021.130407](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130407).
 11. Lezaack M.B., Simar A. Avoiding abnormal grain growth in thick 7XXX aluminium alloy friction stir welds during T6 post heat treatments. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 807, article number 140901. DOI: [10.1016/j.msea.2021.140901](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140901).
 12. Yadav D., Bauri R., Chawake N. Fabrication of Al–Zn solid solution via friction stir processing. *Materials Characterization*, 2018, vol. 136, pp. 221–228. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.12.022](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.12.022).
 13. Hou Y.F., Liu C.Y., Zhang B., Wei L.L., Dai H.T., Ma Z.Y. Mechanical properties and corrosion resistance of the fine grain structure of Al–Zn–Mg–Sc alloys fabricated by friction stir processing and post-heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 785, article number 139393. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139393](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139393).
 14. Han G., Lee K., Yoon J.-Y., Na T.-W., Ahn K., Kang M.-J., Jun T.-S. Effect of post-weld heat treatment on mechanical properties of local weld-affected zones in friction stir welded AZ31 plates. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 805, article number 140809. DOI: [10.1016/j.msea.2021.140809](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.140809).
 15. Morisada Y., Fujii H., Nagaoka T., Fukusumi M. Effect of friction stir processing with SiC particles on microstructure and hardness of AZ31. *Materials Science and Engineering: A*, 2006. vol. 433, no. 1-2, pp. 50–54. DOI: [10.1016/j.msea.2006.06.089](https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.06.089).
 16. Wang W., Han P., Peng P., Guo H., Huang L., Qiao K., Hai M., Yang Q., Wang H., Wang K., Wang L. Superplastic deformation behavior of fine-grained AZ80 magnesium alloy prepared by friction stir processing. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, vol. 9, no. 3, pp. 5252–5263. DOI: [10.1016/j.jmrt.2020.03.052](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.03.052).

17. Sun Y., Fujii H. Effect of abnormal grain growth on microstructure and mechanical properties of friction stir welded SPCC steel plates. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, vol. 694, pp. 81–92. DOI: [10.1016/j.msea.2017.04.008](https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.04.008).
18. Li Y.J., Fu R.D., Du D.X., Jing L.J., Sang D.L., Wang Y.P. Effect of post-weld heat treatment on microstructures and properties of friction stir welded joint of 32Mn–7Cr–1Mo–0.3N steel. *Science and Technology of Welding and Joining*, 2015, vol. 20, no. 3, pp. 229–235. DOI: [10.1179/1362171815Y.0000000001](https://doi.org/10.1179/1362171815Y.0000000001).
19. Khodabakhshi F., Simchi A., Kokabi A.H., Gerlich A.P., Nosko M. Effects of post-annealing on the microstructure and mechanical properties of friction stir processed Al–Mg–TiO₂ nanocomposites. *Materials & Design*, 2014, vol. 63, pp. 30–41. DOI: [10.1016/j.matdes.2014.05.065](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.065).
20. Guo J., Lee B.Y., Du Z., Bi G., Tan M.J., Wei J. Effect of nano-particle addition on grain structure evolution of friction stir-processed Al 6061 during postweld annealing. *JOM*, 2016, vol. 68, no. 8, pp. 2268–2273. DOI: [10.1007/s11837-016-1991-1](https://doi.org/10.1007/s11837-016-1991-1).
21. Attallah M.M., Salem H.G. Friction stir welding parameters: a tool for controlling abnormal grain growth during subsequent heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, vol. 391, no. 1–2, pp. 51–59. DOI: [10.1016/j.msea.2004.08.059](https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.08.059).
22. Mironov S., Masaki K., Sato Y.S., Kokawa H. Relationship between material flow and abnormal grain growth in friction-stir welds. *Scripta Materialia*, 2012, vol. 67, no. 12, pp. 983–986. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2012.09.002](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.09.002).
23. Hassan Kh.A.A., Norman A.F., Price D.A., Prangnell P.B. Stability of nugget zone grain structures in high strength Al-alloy friction stir welds during solution treatment. *Acta Materialia*, 2003, vol. 51, no. 7, pp. 1923–1936. DOI: [10.1016/S1359-6454\(02\)00598-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00598-0).
24. Humphreys F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—II. The effect of second-phase particles. *Acta Materialia*, 1997, vol. 45, no. 12, pp. 5031–5039. DOI: [10.1016/S1359-6454\(97\)00173-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00173-0).
25. Jacquin D., Guillemot G. A review of microstructural changes occurring during FSW in aluminium alloys and their modelling. *Journal of Materials Processing Technology*, 2021, vol. 288, article number 116706. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2020.116706](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116706).

The influence of friction stir welding conditions on thermal stability of AA6061 alloy

© 2022

Aleksandr A. Kalinenko^{*1}, postgraduate student*Sergey Yu. Mironov*², Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), leading researcher*Igor V. Vysotskiy*³, PhD (Engineering), junior researcher*Sergey S. Malopheyev*⁴, PhD (Engineering), researcher*Belgorod State National Research University, Belgorod (Russia)**E-mail: kalinenko@bsu.edu.ru¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7534-0542>²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2202-1518>³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4376-5535>⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9145-3723>

Received 27.07.2021

Accepted 04.02.2022

Abstract: Friction stir welding (FSW) is an innovative technology for the solid-phase joining of metal materials. It allows producing permanent joints of materials conventionally considered to be nonweldable, in particular aluminum alloys. However, an essential drawback of FSW is the relatively low stability of the stir zone microstructure. In particular, during post-weld heat treatment, seams frequently demonstrate abnormal grain growth. Such an undesirable phenomenon is often interpreted in terms of the so-called Humphrey's cellular model, according to which the abnormal behavior is attributed to the essential microstructure refinement and the dissolution of the second-phase particles occurring during FSW. Since these two processes significantly depend on the temperature, the authors suggested that the thermal stability of the produced FSW seams should also be associated with the FSW heat conditions. To test this hypothesis, the authors obtained two welded seams at different FSW conditions and then studied their microstructural behavior during T6 mode thermal treatment (involving solution heat treatment followed by artificial aging). The authors used the advanced electron backscatter diffraction technique (EBSD) to investigate microstructure. In full accordance with the initial idea, the investigation showed that microstructural evolution in both studied microstructure states varied wildly. Specifically, the study identified that the reduction in the FSW temperature causes the suppression of abnormal grain growth. The authors suggested that the enhanced thermal stability of the material is associated with the conservation of the second-phase particles during the low-temperature FSW.

Keywords: friction stir welding; abnormal grain growth; heat hardenable aluminum alloys.

Acknowledgments: The work was financially supported by the Russian Science Foundation, the project No. 19-49-02001. The work was carried out with the use of the equipment of the Core Facility Center “Technologies and Materials of NRU BelSU”.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Kalinenko A.A., Mironov S.Yu., Vysotskiy I.V., Malopheyev S.S. The influence of friction stir welding conditions on thermal stability of AA6061 alloy. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 31–39. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-31-39.

Взаимосвязь параметров электроосаждения и морфологии поверхности никелевых покрытий в присутствии ингибитора роста

© 2022

*Матвеева Надежда Сергеевна**¹, аспирант кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»*Грызунова Наталья Николаевна*², доктор физико-математических наук, доцент,

профессор кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: nad.matveeva96@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3915-3915>²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2802-9537>

Поступила в редакцию 16.07.2021

Принята к публикации 02.03.2022

Аннотация: Никель и никелевые покрытия, с одной стороны, хорошо изучены с точки зрения широты практического применения, с другой – применение разных подходов к их получению и структурированию дает новые возможности изменения их свойств. В настоящее время ведутся исследовательские работы, связанные с изменением физико-химических свойств никеля путем наноструктурирования. Способы и методы получения наноструктурированных материалов весьма разнообразны, однако многие из них считаются энергоемкими и экономически невыгодными. В работе проблема получения никелевых покрытий и изменения их свойств решена путем электроосаждения из водных растворов электролитов. Исследовано влияние добавок в никелевый электролит на габитус формирующихся в покрытии кристаллов и, как следствие, морфологию никелевого покрытия. В качестве добавок использовались хлориды натрия, калия и кальция в одинаковой мольной концентрации. При электроосаждении образцов покрытий менялась природа подложки и режимы электролиза. Осаждение велось в стационарном режиме электроосаждения в одну или две стадии электролиза. Полученные образцы исследовались методами электронной сканирующей микроскопии с применением рентгеноструктурного анализа. Установлено, что используемые в работе хлориды позволяют существенно изменить морфологию поверхности покрытия. В зависимости от концентрации хлоридов и режимов осаждения морфология поверхности никелевых покрытий изменяется от объемных конусообразных структур до пластинчатого габитуса. Хлориды также позволяют сформировать кристаллы с пентагональной симметрией. Добавление хлоридов влияет на рост кристаллов в определенных кристаллографических направлениях (111), что может быть связано с их ингибирующим действием. Полученные никелевые покрытия имеют регулярный микрорельеф.

Ключевые слова: электроосаждение; никелевые покрытия; ингибирующее действие; микрорельеф; конусообразный кристалл.

Благодарности: Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Матвеева Н.С., Грызунова Н.Н. Взаимосвязь параметров электроосаждения и морфологии поверхности никелевых покрытий в присутствии ингибитора роста // Frontier Materials and Technologies. 2022. № 1. С. 40–48. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-40-48.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время наноструктурированные материалы являются объектом изучения многих исследователей. Это связано с тем, что данные материалы обладают особыми физическими и химическими свойствами. Они находят свое применение в таких областях науки, как физика, химия, медицина, а также широко применяются в промышленности и экологии.

Способы получения наноструктурированных материалов весьма разнообразны. Их можно получить с помощью осаждения из паровой фазы, лазерной обработки, сухим или влажным травлением, с применением шаблонов [1; 2]. Однако эти методы требуют значительных экономических и временных затрат, а некоторые из них наносят большой вред окружающей природе.

Одним из наиболее популярных методов получения наноструктурированных материалов является электроосаждение. В последние десятилетия данный метод стал востребован у ученых. Метод электроосаждения

довольно прост в использовании, затраты для проведения исследования минимальны. Стоит отметить, что электроосаждение позволяет получать покрытия и пленки не только на металлических поверхностях, но и на полимерах и материалах с высокой пористостью [3; 4]. Для проведения электроосаждения используются различные электролиты, состоящие из солей, кислот, а также сплавов, модифицированных углеродными нанотрубками [5; 6]. Электроосаждение может проводиться при одностадийном и двухстадийном режимах, в результате которых формируются совершенно различные по своей морфологии и свойствам покрытия.

Одним из востребованных наноматериалов считается никель. Он, как известно, является ферромагнитным материалом, поэтому применяется в магнитных датчиках, сенсорах, устройствах памяти, аккумуляторах. Актуальным направлением для изучения считаются также комплексы различных веществ с никелем, например никель-аммиачный комплекс, применяемый для очистки сточных вод [7]. Часто проводится электроосаждение

не только чистых металлов, но и сплавов. В частности, сплав Ni–Zn используется для защиты от коррозии и в электрокатализе [8]. Добавление Zn^{2+} в ванну для осаждения приводит к сильному снижению плотности катодного тока, что указывает на заметное ингибирование восстановления Ni. В работе [9] исследовано влияние двухстадийного режима электроосаждения и многослойности сплава Ni–Zn на формирование рельефа и физико-механические свойства покрытия. Показано, что коррозионная стойкость покрытия повышается при увеличении разности плотностей тока осаждения, а наслоение приводит к более тонкой морфологии поверхности и снижает шероховатость. Увеличение количества слоев может повысить микротвердость покрытия более чем на 50 %. В работе [10] исследовались покрытия из сплава Ni–Zn, осажденного из оксалатно-аммонийных электролитов. Выявлено, что содержание Ni в покрытии, которое бы способствовало достижению высокой коррозионной стойкости, должно быть не менее 10 ат. %. Для реакции выделения водорода преимущественно используют сплав Ni–Co. В исследовании [11] наноструктурированные никель-кобальтовые сплавы с содержанием Co в пределах от 0 до 75 % были изготовлены путем гальваностатического электрохимического осаждения. Отмечается, что с увеличением содержания Co изменялась морфология сплава от наноконусов до пластинчатой структуры. Ni–60 % Co сплав проявляет электрокаталитическую активность с небольшим перенапряжением водорода, равным 180 мВ, и хорошую электрохимическую стабильность при 10-часовом гальваностатическом испытании.

Формы образующихся никелевых структур достаточно разнообразны. В [12] они представляют собой икосаэдрические и декаэдрические частицы с высокими ферромагнитными свойствами и коэрцитивной силой. В [13; 14] можно увидеть их формирование в виде микросфер и цветковидных кластеров, состоящих из наночешуек. Последние привлекают все большее внимание исследователей магнетизма. Наночастицы никеля, имеющие форму конуса и пентагональную симметрию, применяются в каталитических реакциях и в микроскопии в качестве зондов [15]. В работе [16] одноступенчатым электроосаждением без матрицы был получен массив из наноконусов никеля. Он показал хорошие свойства полевой эмиссии с низким полем включения

5–6,7 В/мкм. Авторы доказали, что от формы и плотности наноконусов зависят свойства полевой эмиссии.

Конусообразная структура формируется благодаря нескольким факторам. В первую очередь это состав электролита. В раствор никелирования, как правило, добавляют ингибиторы, которые препятствуют росту кристалла никеля в определенных кристаллографических направлениях [17; 18]. В работе [19] исследовано влияние добавки NaCl в растворе никелирования на формирование наноструктур никеля. В результате проведенных экспериментов была сформирована анизотропная, столбчатая структура кристаллов никеля, направление роста которых преобладало в плоскостях (111). С увеличением концентрации NaCl до 2 моль и более была отмечена супергидрофобная поверхность. В электролит также добавляют укупорочные реагенты, в результате которых повышается анизотропный рост никелевых структур [20].

Одним из немаловажных факторов формирования конусообразных структур является режим электроосаждения. Правильно подобранная температура электролита, плотность тока и время осаждения задают скорость роста частиц и плотность заполнения ими подложки.

Цель работы – проведение комплексной оценки влияния нескольких факторов на морфологию никелевого покрытия, в частности выявление взаимосвязи параметров электроосаждения и морфологии поверхности никелевых покрытий в присутствии ингибирующих добавок.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Никелевые покрытия были получены методом электроосаждения. При электроосаждении применялся никелевый электролит на водной основе, состав которого представлен в таблице 1. Для получения покрытий с разной морфологией поверхности в исходный электролит (в работе он обозначен как № 1) вводились разные добавки, взятые в одинаковом мольном количестве (таблица 1). Концентрация добавок отрабатывалась экспериментальным путем. Электроосаждение проводилось на подложки – микросетки из нержавеющей стали и на подложки – пластины из металлургической меди. Подложки были предварительно подготовлены

Таблица 1. Состав электролита и концентрация добавок
Table 1. The electrolyte composition and the additives concentration

№ электролита	Компоненты электролита	Количество, г/л
1	NiSO ₄ ·7H ₂ O	561
2	NiSO ₄ ·7H ₂ O NaCl	561 117
3	NiSO ₄ ·7H ₂ O KCl	561 149
4	NiSO ₄ ·7H ₂ O Ca ₂ Cl ₂	561 222

для электроосаждения: очищены, промыты дистиллированной водой и высушены. В качестве анода использовалась пластина 99,99 % никеля. Электроосаждение осуществлялось при одинаковой температуре (60 °С) как в одностадийном, так и в двухстадийном режимах. Плотность тока устанавливалась $j_1=5$ мА/см², $j_2=40$ мА/см², $j_3=15$ мА/см² при общем времени проведения электроосаждения 10 мин.

Исследование проходило в два этапа, отличающихся режимами электроосаждения. На первом этапе электроосаждение проводилось при двухстадийном режиме сначала на микросетки, затем на подложки из электролитов с разными добавками. На втором этапе электроосаждение проводилось при одностадийном режиме электроосаждения также на микросетки и подложки из электролитов с разными добавками.

Установка для электроосаждения состояла из электролитической ячейки, подключенной к потенциостату-гальваностату Elins P-50 и установленной в термостат ВТ-8 для поддержания заданной температуры электролита.

Для оценки морфологии поверхности полученных никелевых покрытий использовались сканирующие электронные микроскопы JEOL JCM-6000 и Carl Zeiss Sigma. Для выявления микрорельефа поверхности никелевого покрытия применялся метод сканирующей зондовой микроскопии (микроскоп Solver P47-PRO). Рентгеноструктурный анализ проводился на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD7000.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

На рис. 1–4 представлены результаты микроскопических исследований полученных образцов. На рис. 1–2 изображена морфология поверхности образцов, осажденных при двухстадийном режиме на микросетку, на рис. 3–4 – образцов, полученных на медной подложке. СЭМ-изображения показали, что никелевое покрытие из чистого электролита (электролита № 1 согласно таблице 1) имеет крупнокристаллическую морфологию без ярко выраженного рельефа поверхности (рис. 1 а),

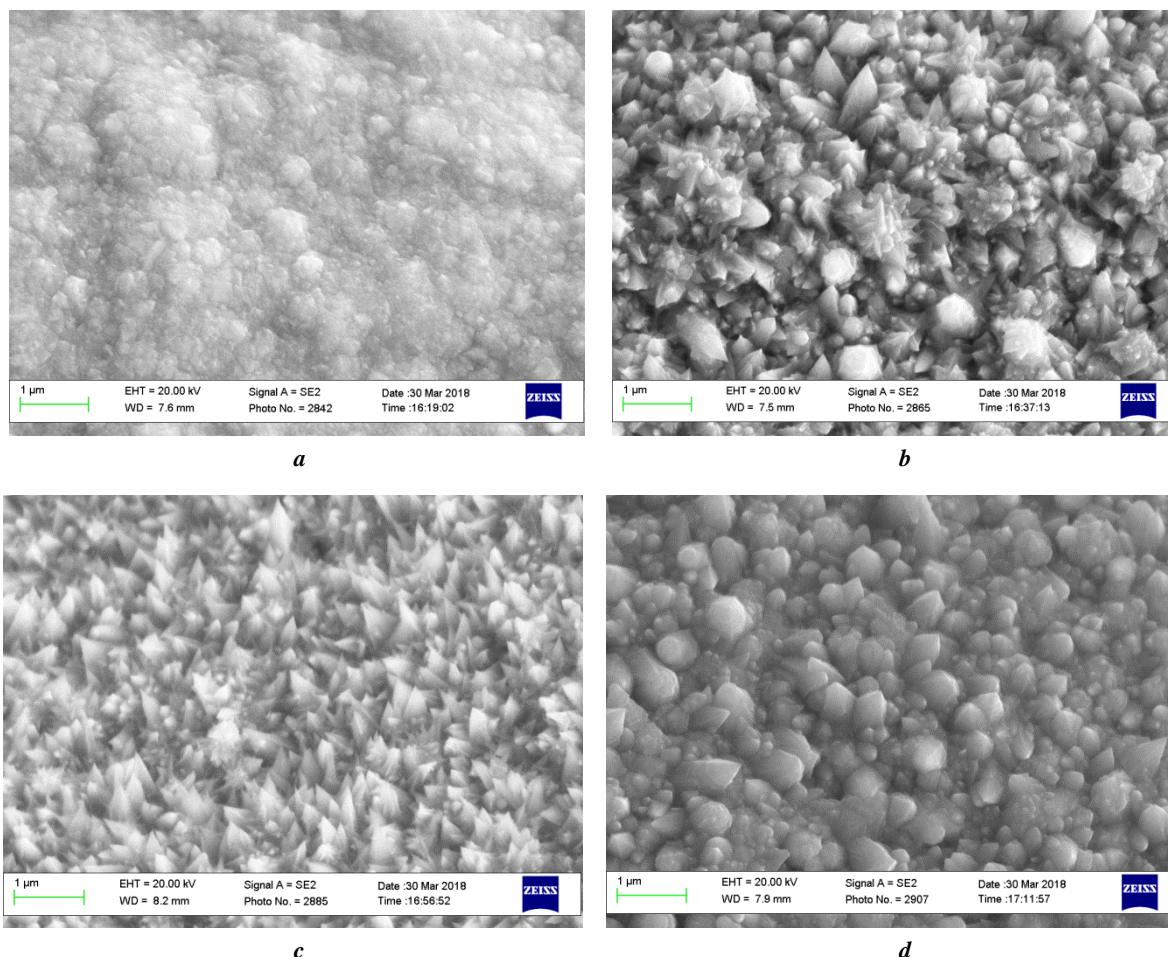


Рис. 1. Электронно-микроскопические снимки никелевого покрытия, осажденного при двухстадийном режиме на микросетки из нержавеющей стали: **a** – электролит № 1; **b** – электролит № 2; **c** – электролит № 3; **d** – электролит № 4. Увеличение снимков при 1 мкм

Fig. 1. Electron micrographs of a nickel coating deposited to the stainless steel micromeshes during the two-stage mode: **a** – electrolyte No. 1; **b** – electrolyte No. 2; **c** – electrolyte No. 3; **d** – electrolyte No. 4. Images magnifying at 1 μm

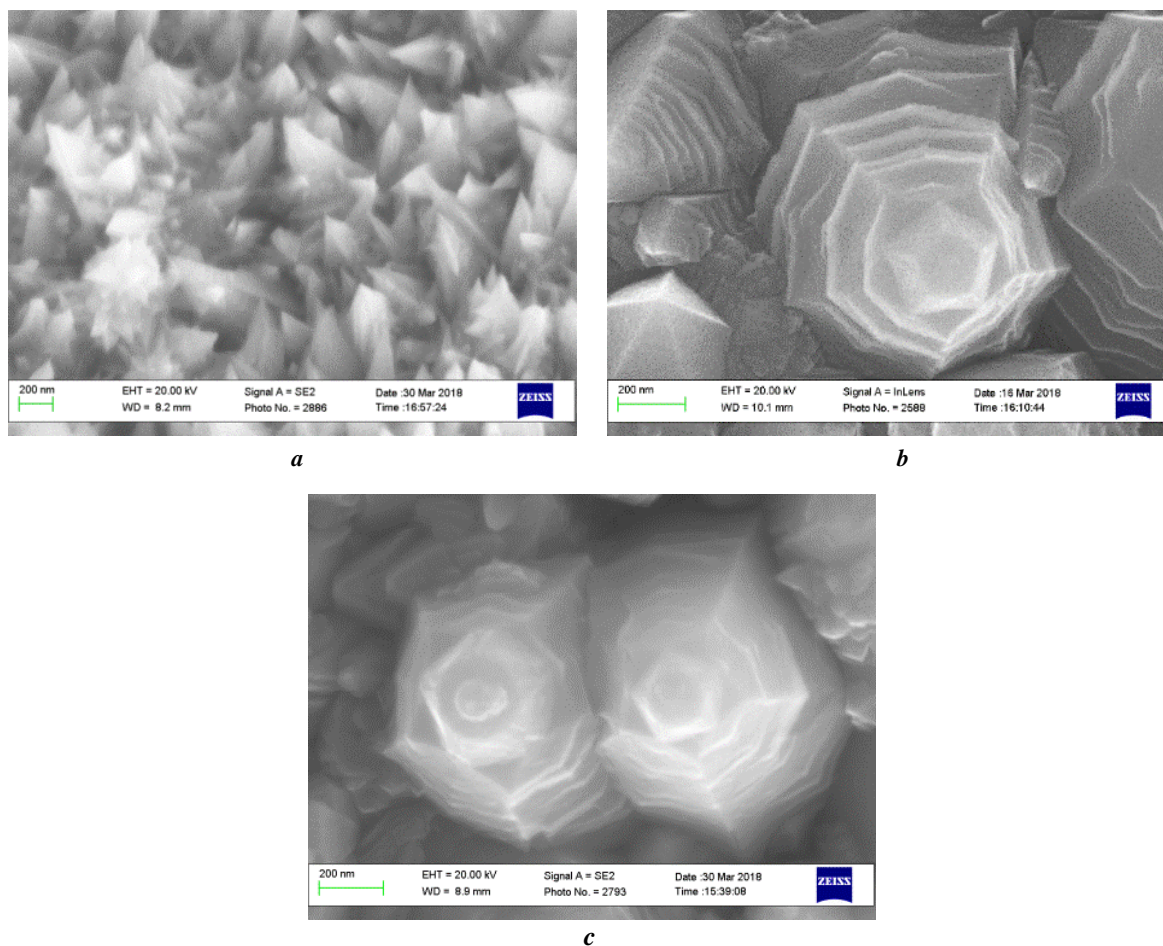


Рис. 2. СЭМ-изображения микрокристаллов в никелевом покрытии, осажденном при двухстадийном режиме на микросетку из электролита: **a** – № 3; **b, c** – № 4 с пентагональной симметрией. Увеличение снимков при 200 нм
Fig. 2. SEM-images of microcrystals in a nickel coating deposited to the electrolyte micronet during the two-stage mode: **a** – No. 3; **b, c** – No. 4 with the pentagonal symmetry. Images magnifying at 200 nm

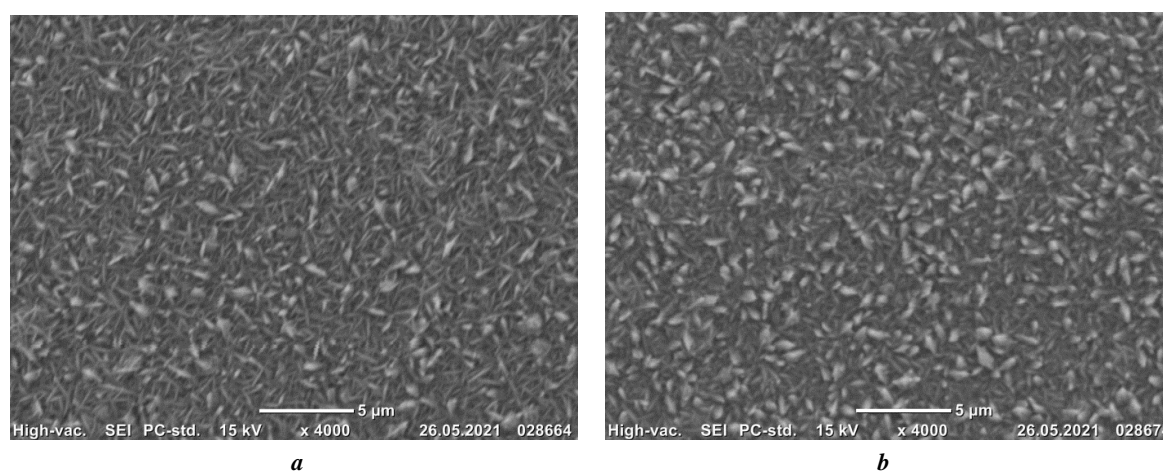


Рис. 3. Микрофотографии никелевых поверхностей, осажденных при двухстадийном режиме на медные подложки из электролита: **a** – № 3; **b** – № 4. Увеличение снимков при 5 мкм
Fig. 3. Microphotographs of nickel surfaces deposited to copper substrates from electrolyte during the two-stage mode: **a** – No. 3; **b** – No. 4. Images magnifying at 5 μm

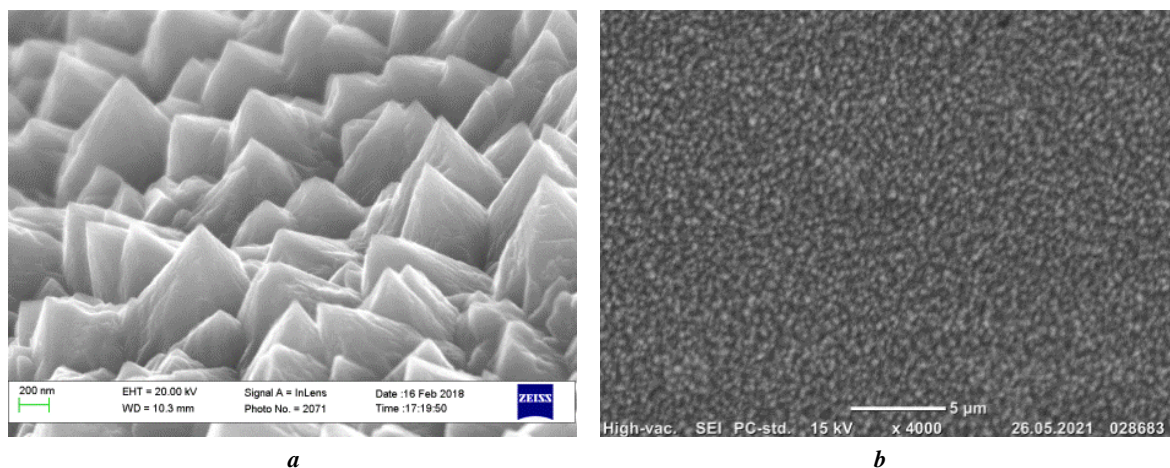


Рис. 4. СЭМ-изображения поверхности никеля, осажденного из электролита № 4 при одностадийном режиме: **a** – на микросетку; **b** – на медную подложку. Увеличение снимков при 200 нм (**a**) и 5 мкм (**b**)
Fig. 4. SEM-images of a surface of nickel deposited from electrolyte No.4 during the one-stage mode: **a** – to a micronet; **b** – to a copper substrate. Images magnifying at 200 nm (**a**) and 5 μm (**b**)

при введении в электролит исследуемых добавок рельеф поверхности кардинально меняется (рис. 1 б–д). Более однородное покрытие получается с введением в электролит добавок в виде хлорида калия и кальция.

Более детальные микроскопические исследования показали, что хлорид калия позволяет получать покрытие, практически на 100 % состоящее из конусообразных кристаллов, и из них порядка 40 % кристаллов имеют наноразмеры в поперечном направлении (рис. 2 а).

Совсем другая морфология поверхности получается при введении в исходный электролит хлорида кальция (рис. 2 б, 2 с). В этом случае формируются никелевые покрытия, состоящие из одинаково ориентированных кристаллов конусообразной формы (рис. 1 д), но уже с ярко выраженным слоистым ростом и пентагональной симметрией (рис. 2 б, 2 с).

При электроосаждении на медные подложки существенной разницы в морфологии поверхности между образцами, полученными с применением хлорида натрия и хлорида кальция, не наблюдалось. Все покрытия состояли из кристаллов не объемных конусов, как на микросетках, а пластинчатого конусообразного габитуса. Однако между образцами хлорида калия (рис. 3 а) и хлорида кальция (рис. 3 б) можно наблюдать различия, связанные с размерами кристаллов в покрытии. Используя возможности микроскопии для оценки размеров кристаллов в покрытии, оценивали средние размеры кристаллов. Определено, что средняя толщина конусов у образца с добавлением хлорида калия на 30 % меньше средней толщины конусов у образцов с добавлением хлорида кальция, а средние размеры конусообразных пластин, наоборот, на 10 % больше у кристаллов, сформировавшихся при добавлении хлорида калия.

Одностадийный режим электроосаждения на микросетки позволил получить из всех электролитов покрытия из конусообразных объемных кристаллов. Различия этих кристаллов в основном в средних размерах. Примечательно, что ни при одной из рассматриваемых добавок в структуре покрытия не формируются кристаллы с пентагональной симметрией (рис. 4 а).

При электроосаждении на пластину из металлургической меди при тех же технологических режимах формируются покрытия, состоящие из конусов с более регулярным микрорельефом поверхности (рис. 4 б).

Анализ дифрактограмм, полученных от никелевых покрытий (рис. 5), показал, что интенсивность линий (200) уменьшается. Если брать интенсивность линии (111) за 100 % (рис. 5 б), то в случае добавления хлорида натрия интенсивность линий (200) самая низкая. Это может свидетельствовать о том, что добавление хлоридов способствует преимущественному росту одних граней кристаллов и ингибированию роста остальных граней кристаллов в покрытии.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

При анализе результатов исследований обнаружено, что при выбранном двухстадийном режиме электроосаждения в присутствии хлорида кальция в концентрации, указанной в таблице 1, на микросетках из нержавеющей стали формируются покрытия, примерно на 75 % состоящие из конусообразных кристаллов с пентагональной симметрией.

Другие добавки в электролит при данных условиях и режимах электроосаждения не позволяют выращивать кристаллы с пентагональной симметрией, однако дают возможность получать покрытия с развитой поверхностью, которая получается либо за счет образования и роста конусообразных кристаллов, либо за счет формирования кристаллов пластинчатого габитуса.

При одностадийном режиме электроосаждения с добавлением хлорида кальция можно получать покрытия с регулярным микрорельефом поверхности (рис. 4 с).

Рентгеноструктурный анализ (рис. 5) позволил выдвинуть предположение о том, что все вводимые в электролит добавки обладают ингибирующим действием в процессе формирования и роста кристаллов, образующих покрытие.

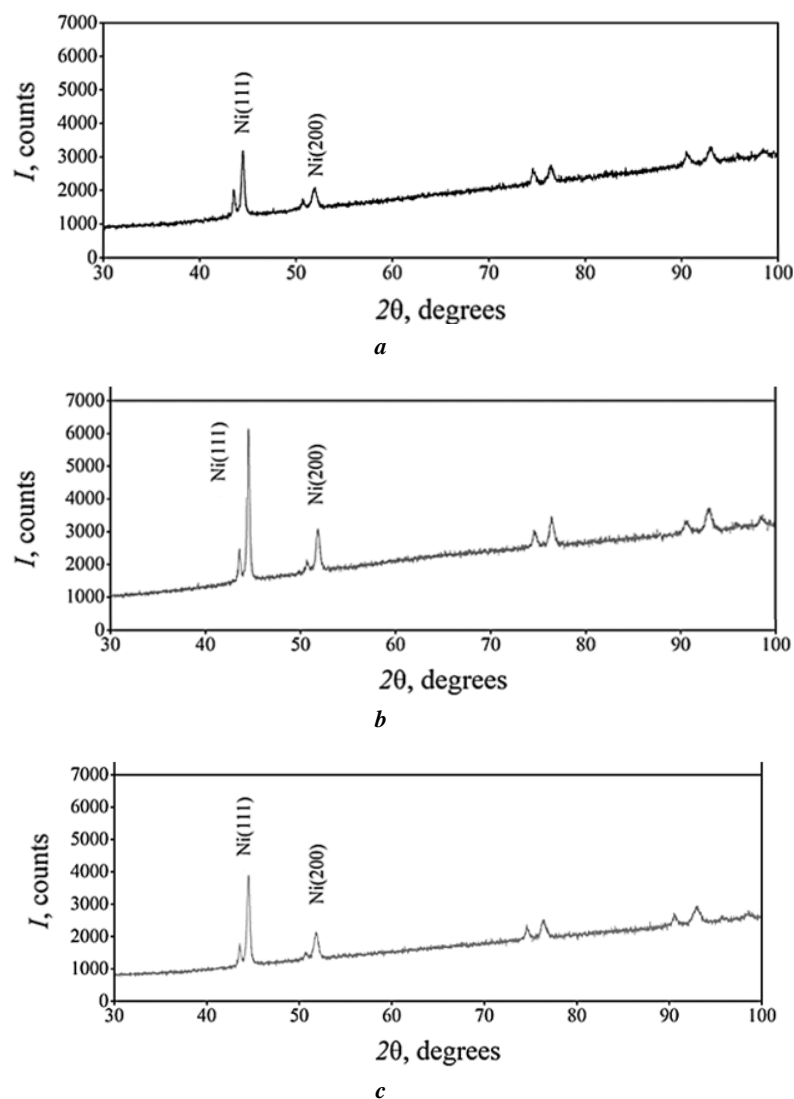


Рис. 5. Рентгеноструктурный анализ никелевых покрытий, полученных из электролитов с разными добавками: **a** – электролит № 1; **b** – электролит № 3; **c** – электролит № 2
Fig. 5. X-ray diffraction analysis of nickel coatings produced from electrolytes with different additives: **a** – electrolyte No. 1; **b** – electrolyte No. 3; **c** – electrolyte No. 2

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Добавки в никелевый электролит в виде порошков NaCl, KCl, CaCl₂ позволяют формировать никелевые покрытия, состоящие из конусов, средние размеры которых (в зависимости от добавки) меняются от нано- до микрометров. Хлорид кальция в выбранной концентрации при определенных условиях способствует формированию покрытий, состоящих преимущественно из пентагональных пирамид.

Результаты рентгеноструктурного анализа показали, что во всех случаях наблюдается преимущественное развитие граней (111) и торможение развития граней (200), что свидетельствует об ингибирующем действии добавляемых хлоридов.

Метод электроосаждения позволяет создавать никелевые покрытия с регулярным микрорельефом без использования специальных графаретов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Hang T., Li M., Fei Q., Mao D. Characterization of nickel nanocones routed by electrodeposition without any template // *Nanotechnology*. 2008. Vol. 19. № 3. Article number 035201. DOI: [10.1088/0957-4484/19/03/035201](https://doi.org/10.1088/0957-4484/19/03/035201).
2. Leea J.M., Junga K.K., Lee S.H., Ko J.S. One-step fabrication of nickel nanocones by electrodeposition using CaCl₂·2H₂O as capping reagent // *Applied Surface Science*. 2016. Vol. 369. P. 163–169. DOI: [10.1016/j.apsusc.2016.02.006](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.02.006).
3. Rahimi E., Davoodi A., Kiani Rashid A.R. Characterization of screw dislocation-driven growth in nickel micro-nanostructure electrodeposition process by AF // *Materials Letters*. 2018. Vol. 210. P. 341–344. DOI: [10.1016/J.MATLET.2017.09.057](https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2017.09.057).
4. Barati Darband G., Aliofkhaezrai M., Sabour Rouhaghdam A. Three-dimensional porous Ni-CNT composite nanocones as high performance electrocatalysts for hydrogen evolution reaction // *Journal of Electroanalytical Chemistry*.

- Chemistry. 2018. Vol. 829. P. 194–207. DOI: [10.1016/j.jelechem.2018.10.012](https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2018.10.012).
5. Целуйкин В.Н., Корешкова А.А. Электроосаждение композиционных покрытия цинк-никель-углеродные нанотрубки в импульсном режиме // Журнал прикладной химии. 2018. Т. 91. № 3. С. 344–347.
 6. Тихонов Р.Д., Черемисинов А.А., Тихонов М.Р. Концентрационная зависимость электроосаждения сплава CoNiFe // Евразийское Научное Объединение. 2021. № 12-2. С. 194–202. DOI: [10.5281/zenodo.5834128](https://doi.org/10.5281/zenodo.5834128).
 7. Guana W., Tian S., Cao D., Chen Y., Zhao X. Electrooxidation of nickel-ammonia complexes and simultaneous electrodeposition recovery of nickel from practical nickel-electroplating rinse wastewater // *Electrochimica Acta*. 2017. Vol. 246. P. 1230–1236. DOI: [10.1016/j.electacta.2017.06.121](https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.06.121).
 8. Roventi G., Cecchini R., Fabrizi A., Bellezze T. Electrodeposition of nickel–zinc alloy coatings with high nickel content // *Surface and Coatings Technology*. 2015. Vol. 276. № 3-1. P. 1–7. DOI: [10.11648/j.am.s.2015040301.13](https://doi.org/10.11648/j.am.s.2015040301.13).
 9. Bahadormanesh B., Ghorbani M., Kordkolaei N.L. Electrodeposition of nanocrystalline Zn/Ni multilayer coatings from single bath: Influences of deposition current densities and number of layers on characteristics of deposits // *Applied Surface Science*. 2017. Vol. 404. P. 101–109. DOI: [10.1016/j.apsusc.2017.01.251](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.01.251).
 10. Шеханов Р.Ф., Гридчин С.Н., Балмасов А.В. Электроосаждение сплавов цинк-никель из оксалатно-аммонийных электролитов // *Электрохимия*. 2018. Т. 54. № 4. С. 408–415. DOI: [10.7868/S0424857018040035](https://doi.org/10.7868/S0424857018040035).
 11. Li Y., Zhang X., Hu A., Li M. Morphological variation of electrodeposited nanostructured Ni-Co alloy electrodes and their property for hydrogen evolution reaction // *International Journal of Hydrogen Energy*. 2018. Vol. 43. № 49. P. 22012–22020. DOI: [10.1016/j.ijhydene.2018.10.038](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.10.038).
 12. Donegan K.P., Godsell J.F., Tobin J.M., O’Byrne J.P., Otway D.J., Morris M.A., Roy S., Holmes J.D. Microwave-assisted synthesis of icosahedral nickel nanocrystals // *CrystEngComm*. 2011. Vol. 13. № 6. P. 2023–2028. DOI: [10.1039/C0CE00759E](https://doi.org/10.1039/C0CE00759E).
 13. Gillet M.F., Brieu M. Structure investigation of multiply-twinned Ni particles by electron investigation // *Zeitschrift für Physik D Atoms, Molecules and Clusters*. 1989. Vol. 12. № 1-4. P. 107–111. DOI: [10.1007/978-3-642-74913-1_24](https://doi.org/10.1007/978-3-642-74913-1_24).
 14. Bai L., Fan J., Cao Y., Yuan F., Zuo A., Tang A. Shape-controlled synthesis of Ni particles via polyol reduction // *Journal of Crystal Growth*. 2009. Vol. 311. № 8. P. 2474–2479. DOI: [10.1016/j.jcrysgro.2009.02.009](https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2009.02.009).
 15. Downs G.L., Braun J.D. Pseudo-Fivefold Symmetry in Carbonyl Process Nickel // *Science*. 1966. № 154. P. 1443–1444. DOI: [10.1126/science.154.3755.1443](https://doi.org/10.1126/science.154.3755.1443).
 16. Hang T., Ling H., Hu A., Li M. Growth Mechanism and Field Emission Properties of Nickel Nanocones Array Fabricated by One-Step Electrodeposition // *Journal of The Electrochemical Society*. 2010. Vol. 157. № 12. P. 624–627. DOI: [10.1149/1.3499352](https://doi.org/10.1149/1.3499352).
 17. Li P., Liu H., Zhang Y.-F., Wei Y., Wang X.-K. Synthesis of flower-like ZnO microstructures via a simple solution route // *Materials Chemistry and Physics*. 2007. Vol. 106. № 1. P. 63–69. DOI: [10.1016/j.matchemphys.2007.05.017](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2007.05.017).
 18. Матвеева Н.С., Грызунова Н.Н., Ясников И.С. Особенности формирования пентагональных микрокристаллов никеля в сплошных электроосажденных покрытиях при избирательном ингибировании роста их отдельных граней // *Физика твердого тела*. 2021. Т. 63. № 12. С. 2178–2184. DOI: [10.21883/FTT.2021.12.51681.168](https://doi.org/10.21883/FTT.2021.12.51681.168).
 19. Lee J.M., Jung K.K., Ko J.S. Effect of NaCl in a nickel electrodeposition on the formation of nickel nanostructure // *Journal of Materials Science*. 2016. Vol. 51. № 6. P. 3036–3044. DOI: [10.1007/s10853-015-9614-8](https://doi.org/10.1007/s10853-015-9614-8).
 20. Sahoo G.P., Samanta S., Bhui D.K., Pyne S., Maity A., Misra A. Hydrothermal synthesis of hexagonal ZnO microstructures in HPMC polymer matrix and their catalytic activities // *Journal of Molecular Liquids*. 2015. Vol. 212. P. 665–670. DOI: [10.1016/j.molliq.2015.10.019](https://doi.org/10.1016/j.molliq.2015.10.019).

REFERENCES

1. Hang T., Li M., Fei Q., Mao D. Characterization of nickel nanocones routed by electrodeposition without any template. *Nanotechnology*, 2008, vol. 19, no. 3, article number 035201. DOI: [10.1088/0957-4484/19/03/035201](https://doi.org/10.1088/0957-4484/19/03/035201).
2. Leea J.M., Junga K.K., Lee S.H., Ko J.S. One-step fabrication of nickel nanocones by electrodeposition using CaCl₂·2H₂O as capping reagent. *Applied Surface Science*, 2016, vol. 369, pp. 163–169. DOI: [10.1016/j.apsusc.2016.02.006](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.02.006).
3. Rahimi E., Davoodi A., Kiani Rashid A.R. Characterization of screw dislocation-driven growth in nickel micro-nanostructure electrodeposition process by AF. *Materials Letters*, 2018, vol. 210, pp. 341–344. DOI: [10.1016/J.MATLET.2017.09.057](https://doi.org/10.1016/J.MATLET.2017.09.057).
4. Barati Darband G., Aliofkhaezrai M., Sabour Rouhaghdam A. Three-dimensional porous Ni-CNT composite nanocones as high performance electrocatalysts for hydrogen evolution reaction. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 2018, vol. 829, pp. 194–207. DOI: [10.1016/j.jelechem.2018.10.012](https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2018.10.012).
5. Tseluikin V.N., Koreshkova A.A. Electrodeposition of Zinc–Nickel–Cnt composite coatings in the pulsed mode. *Russian Journal of Applied Chemistry*, 2018, vol. 91, no. 3, pp. 384–387.
6. Tikhonov R.D., Cheremisinov A.A., Tikhonov M.R. Concentration dependence of electrodeposition of CoNiFe alloy. *Evraziyskoe Nauchnoe Obединenie*, 2021, no. 12-2, pp. 194–202. DOI: [10.5281/zenodo.5834128](https://doi.org/10.5281/zenodo.5834128).
7. Guana W., Tian S., Cao D., Chen Y., Zhao X. Electrooxidation of nickel-ammonia complexes and simultaneous electrodeposition recovery of nickel from practical nickel-electroplating rinse wastewater. *Electrochimica Acta*, 2017, vol. 246, pp. 1230–1236. DOI: [10.1016/j.electacta.2017.06.121](https://doi.org/10.1016/j.electacta.2017.06.121).
8. Roventi G., Cecchini R., Fabrizi A., Bellezze T. Electrodeposition of nickel–zinc alloy coatings with high nickel content. *Surface and Coatings Technology*, 2015, vol. 276, no. 3-1, pp. 1–7. DOI: [10.11648/j.am.s.2015040301.13](https://doi.org/10.11648/j.am.s.2015040301.13).

9. Bahadormanesh B., Ghorbani M., Kordkolaei N.L. Electrodeposition of nanocrystalline Zn/Ni multilayer coatings from single bath: Influences of deposition current densities and number of layers on characteristics of deposits. *Applied Surface Science*, 2017, vol. 404, pp. 101–109. DOI: [10.1016/j.apsusc.2017.01.251](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.01.251).
10. Shekhanov R.F., Gridchin S.N., Balmasov A.V. Electrodeposition of Zinc–Nickel alloys from ammonium oxalate electrolytes. *Russian Journal of Electrochemistry*, 2018, vol. 54, no. 4, pp. 355–362. DOI: [10.7868/S0424857018040035](https://doi.org/10.7868/S0424857018040035).
11. Li Y., Zhang X., Hu A., Li M. Morphological variation of electrodeposited nanostructured Ni-Co alloy electrodes and their property for hydrogen evolution reaction. *International Journal of Hydrogen Energy*, 2018, vol. 43, no. 49, pp. 22012–22020. DOI: [10.1016/j.ijhydene.2018.10.038](https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.10.038).
12. Donegan K.P., Godsell J.F., Tobin J.M., O’Byrne J.P., Otway D.J., Morris M.A., Roy S., Holmes J.D. Microwave-assisted synthesis of icosahedral nickel nanocrystals. *CrystEngComm*, 2011, vol. 13, no. 6, pp. 2023–2028. DOI: [10.1039/C0CE00759E](https://doi.org/10.1039/C0CE00759E).
13. Gillet M.F., Brieu M. Structure investigation of multiply-twinned Ni particles by electron investigation. *Zeitschrift für Physik D Atoms, Molecules and Clusters*, 1989, vol. 12, no. 1-4, pp. 107–111. DOI: [10.1007/978-3-642-74913-1_24](https://doi.org/10.1007/978-3-642-74913-1_24).
14. Bai L., Fan J., Cao Y., Yuan F., Zuo A., Tang A. Shape-controlled synthesis of Ni particles via polyol reduction. *Journal of Crystal Growth*, 2009, vol. 311, no. 8, pp. 2474–2479. DOI: [10.1016/j.jcrysgro.2009.02.009](https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2009.02.009).
15. Downs G.L., Braun J.D. Pseudo-Fivefold Symmetry in Carbonyl Process Nickel. *Science*, 1966, no. 154, pp. 1443–1444. DOI: [10.1126/science.154.3755.1443](https://doi.org/10.1126/science.154.3755.1443).
16. Hang T., Ling H., Hu A., Li M. Growth Mechanism and Field Emission Properties of Nickel Nanocones Array Fabricated by One-Step Electrodeposition. *Journal of The Electrochemical Society*, 2010, vol. 157, no. 12, pp. 624–627. DOI: [10.1149/1.3499352](https://doi.org/10.1149/1.3499352).
17. Li P., Liu H., Zhang Y.-F., Wei Y., Wang X.-K. Synthesis of flower-like ZnO microstructures via a simple solution route. *Materials Chemistry and Physics*, 2007, vol. 106, no. 1, pp. 63–69. DOI: [10.1016/j.matchemphys.2007.05.017](https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2007.05.017).
18. Matveeva N.S., Gryzunova N.N., Yasnikov I.S. Features of the formation of pentagonal nickel microcrystals in continuous electrodeposited coatings with selective inhibition of the growth of their individual facets. *Fizika tverdogo tela*, 2021, vol. 63, no. 12, pp. 2178–2184. DOI: [10.21883/FTT.2021.12.51681.168](https://doi.org/10.21883/FTT.2021.12.51681.168).
19. Lee J.M., Jung K.K., Ko J.S. Effect of NaCl in a nickel electrodeposition on the formation of nickel nanostructure. *Journal of Materials Science*, 2016, vol. 51, no. 6, pp. 3036–3044. DOI: [10.1007/s10853-015-9614-8](https://doi.org/10.1007/s10853-015-9614-8).
20. Sahoo G.P., Samanta S., Bhui D.K., Pyne S., Maity A., Misra A. Hydrothermal synthesis of hexagonal ZnO microstructures in HPMC polymer matrix and their catalytic activities. *Journal of Molecular Liquids*, 2015, vol. 212, pp. 665–670. DOI: [10.1016/j.molliq.2015.10.019](https://doi.org/10.1016/j.molliq.2015.10.019).

The interrelation between the electrodeposition parameters and surface morphology of nickel coatings in the presence of a growth inhibitor

© 2022

*Nadezhda S. Matveeva*¹, postgraduate student of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”

*Natalya N. Gryzunova*², Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor,

Professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: nad.matveeva96@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3915-3915>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2802-9537>

Received 16.07.2021

Accepted 02.03.2022

Abstract: On the one hand, nickel and nickel coatings are well-studied objects in terms of their wide practical application; on the other hand, the application of various approaches to their production and structuring gives new possibilities for changing their properties. At present, the research activities related to the change in nickel physicochemical properties through nanostructuring are being carried out. Methods and techniques for producing nanostructured materials are very diverse. However, many of them are considered energy-intensive and economically unviable. The work solves the problem of obtaining nickel coatings and changing their properties through electrodeposition from aqueous solutions of electrolytes. The paper studies the effect of additives to a nickel electrolyte on the habit of crystals formed in the coating and, consequently, the nickel coating morphology. The authors used sodium, potassium, and calcium chlorides in the same molar concentration to be additives. During the electrodeposition of coating samples, the substrate nature and the electrolysis regimes changed. The deposition was carried out in the stationary mode of electrodeposition within one or two stages of electrolysis. The authors studied the obtained samples by scanning electron microscopy methods using X-ray diffraction analysis. The study identified that chlorides can significantly change the coating surface morphology. Depending on chloride concentration and deposition regimes, the surface morphology of nickel coatings changes from the three-dimensional cone-shaped structures to the lamellar habit. Chlorides allow forming crystals with pentagonal symmetry as well. The addition of chlorides affects the growth of crystals in certain crystallographic directions (111), which may be the result of their inhibitory effect. The obtained nickel coatings have a regular microrelief.

Keywords: electrodeposition; nickel coatings; inhibitory action; microrelief; cone-shaped crystal.

Acknowledgments: The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Matveeva N.S., Gryzunova N.M. The interrelation between the electrodeposition parameters and surface morphology of nickel coatings in the presence of a growth inhibitor. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 40–48. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-40-48.

Сравнение основных частотно-временных преобразований спектрального анализа сигналов акустической эмиссии

© 2022

*Растегаева Инна Ивановна*¹, старший преподаватель кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

Растегаев Игорь Анатольевич^{*2}, кандидат физико-математических наук,

старший научный сотрудник НИО-2 НИИ прогрессивных технологий

*Аглетдинов Эйнара Альбертович*³, кандидат физико-математических наук,

младший научный сотрудник НИО-2 НИИ прогрессивных технологий

*Мерсон Дмитрий Львович*⁴, доктор физико-математических наук, профессор,

директор НИИ прогрессивных технологий

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

*E-mail: RastIgaev@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7634-2328>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3807-8105>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6956-941X>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Поступила в редакцию 28.12.2021

Принята к публикации 11.03.2022

Аннотация: В связи с интенсивным развитием спектральных методов анализа акустической эмиссии на передний план выходит проблема обеспечения наилучшего частотного и временного разрешения путем применения определенных алгоритмов частотно-временного преобразования. Основными используемыми или интегрируемыми в метод акустической эмиссии частотно-временными преобразованиями сегодня являются: оконное преобразование Фурье, вейвлет-преобразование, псевдопреобразование Вигнера – Вилля, преобразование Чои – Вильямса и псевдопреобразование Гильберта – Хуанга. Однако в литературных источниках недостаточно информации, позволяющей оценить эффективность их применения для выделения особенностей сигналов акустической эмиссии дискретного и непрерывного вида. Исходя из этого, на синтетических и реальных модельных сигналах проведен экспериментальный сравнительный анализ работоспособности обозначенных частотно-временных преобразований. Первые модельные сигналы представляли собой chirp-сигнал, идеальные синусоиды и дельта-функцию Дирака, а вторые – дискретный сигнал акустической эмиссии от источника Су Нельсона, разложенный в акустическом канале на дисперсионные моды, и непрерывный акустический сигнал от истечения воздуха через калиброванное отверстие. Показано, что при перепаде энергии частотных составляющих порядка 25 дБ установить все контрольные особенности модельных сигналов оказались способны только преобразование Фурье и вейвлет-преобразование. Преобразование Вигнера – Вилля, Чои – Вильямса и Гильберта – Хуанга, показавшие более высокое частотно-временное разрешение, не выявили частотные составляющие низкой энергии. Поэтому их можно рекомендовать для обнаружения спектральных изменений в резонансных и дискретных сигналах, но в узком энергетическом диапазоне. Для анализа непрерывной акустической эмиссии наилучший результат продемонстрировали преобразование Фурье и вейвлет-преобразование. Однако для применения последнего требуется процедура выбора оптимальной базисной функции. Установлено, что преобразование Гильберта – Хуанга позволяет выделять флуктуации частоты, но для повышения достоверности его результатов требуется проработка способов повышения чувствительности и выделения основной информации из спектрограмм.

Ключевые слова: спектральный анализ; преобразование Фурье; вейвлет-преобразование; преобразование Вигнера – Вилля; преобразование Чои – Вильямса; преобразование Гильберта – Хуанга; акустическая эмиссия.

Для цитирования: Растегаева И.И., Растегаев И.А., Аглетдинов Э.А., Мерсон Д.Л. Сравнение основных частотно-временных преобразований спектрального анализа сигналов акустической эмиссии // Frontier Materials and Technologies. 2022. № 1. С. 49–60. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-49-60.

ВВЕДЕНИЕ

Многие исследования показали, что добавление частотных оценочных параметров к параметрам оценки амплитудно-волновой формы (АВФ) сигналов позволяет существенно повысить информативность результатов обработки данных. Для этой процедуры требуется определить амплитудно-частотную характеристику сигнала (АЧХ, или периодограмму) и оценить ее частотные составляющие суммарно или отдельно по каждой частоте или полосам частот. Повышение информативности достигается за счет более объективной оценки нестационарных сигналов и эффектов наложения (сло-

жения) волн, что часто затруднительно или вообще невозможно выполнить по АВФ (рис. 1). В методе акустической эмиссии (АЭ) периодограммы используются при: вычислении энергии (мощности) сигналов [1], полосовой частотной фильтрации или широкополосном шумопонижении [2–4], кластеризации данных и распознавании источников АЭ [5–7], оценке передаточных характеристик акустического тракта и затухания в нем [8], гармоническом анализе работы узлов циклического действия [9] и т. д. Однако периодограмма не позволяет обнаружить, в какой момент времени возникают те или иные отличия в частотной области, т. е. не отображает динамику частотных изменений в сигнале (рис. 1).

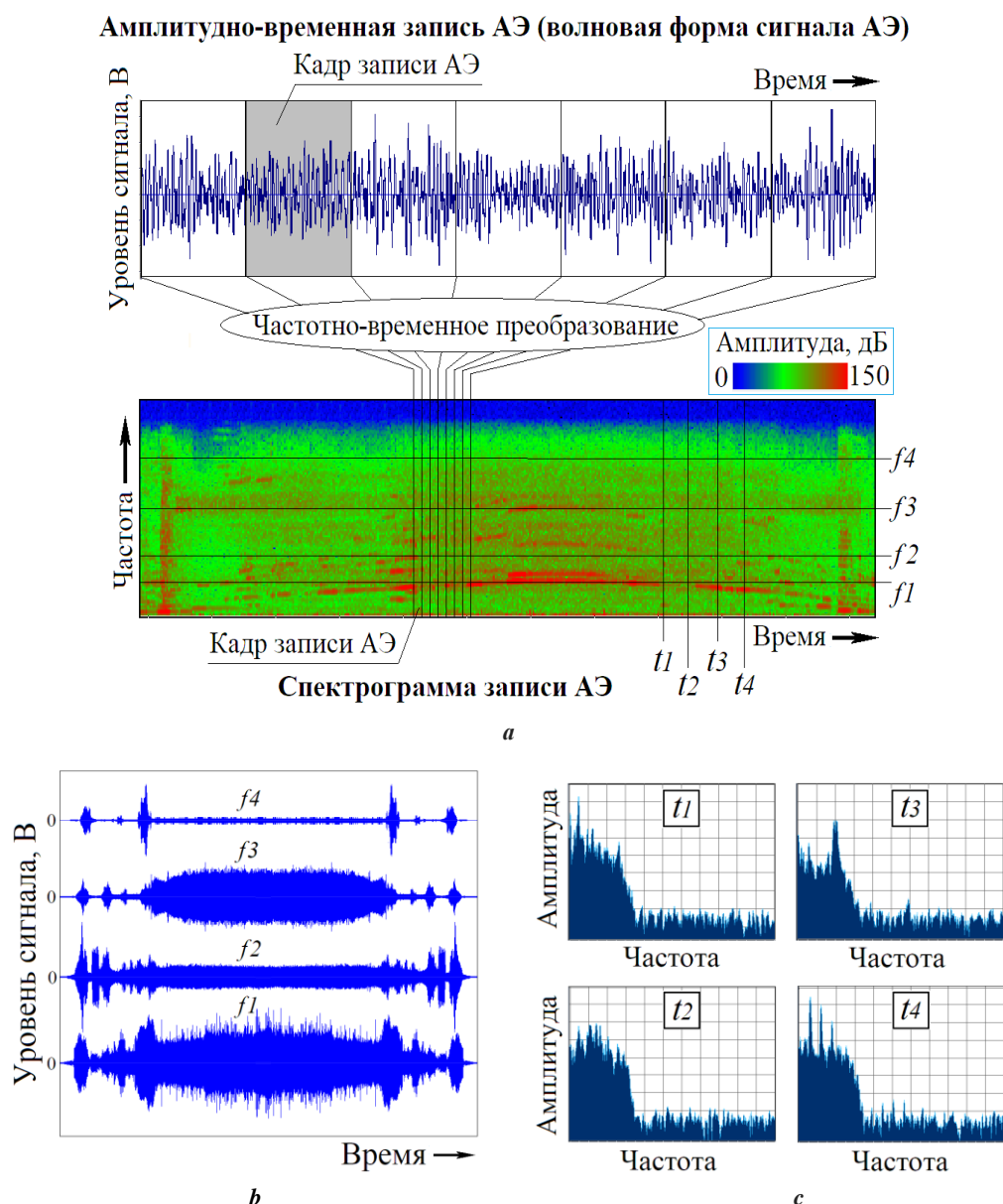


Рис. 1. Схематичный пример построения спектрограммы (а) и объем получаемых данных при ЧВП акустико-эмиссионного сигнала непрерывного вида:
b – волновая форма АЭ, восстановленная по продольным срезам спектрограммы записи (а) по полосам частот $f_1...f_4$, или полосовая фильтрация сигнала;
c – поперечные срезы спектрограммы записи (а) по времени записи $t_1...t_4$, или периодограммы
Fig. 1. A schematic example of the construction of a spectrogram (a) and the amount of data obtained during the time-frequency transformations of a continuous AE signal:
b – the AE waveform reconstructed from the longitudinal slices of a recording spectrogram (a) from the frequency bands $f_1...f_4$ or signal bandpass filtering;
c – cross-sections of a recording spectrogram (a) from the recording time $t_1...t_4$ or periodograms

Динамику локальных изменений по каждой спектральной линии позволяют установить спектрограммы, являющиеся итогом частотно-временного преобразования (ЧВП). Спектрограмма (рис. 1–4) представляет сигнал в виде трехмерной диаграммы, показывающей изменение его спектральной плотности мощности во времени. Таким образом, переход от периодограмм к спектрограммам позволяет расширить возможности спектрального анализа данных за счет добавления временных характеристик акустико-эмиссионных сигналов (время прихода сигнала, длительность сигнала, времена

наложения сигналов, задержка дисперсионных мод сигнала и т. д. [4; 10; 11]), а также локальных энергетических изменений (главной частоты, перераспределения частот, фрактальности и т. д. [12]). Обозначенное достигается за счет использования продольных ($f_1...f_4$) и поперечных ($t_1...t_4$) срезов спектрограммы (рис. 1).

Традиционно для получения периодограмм и спектрограмм использовались алгоритмы на основе преобразования Фурье, но в настоящее время разработано множество видов и подвидов ЧВП другого типа [13; 14]. Сегодня для решения различных практических

задач в акустико-эмиссионном методе известно применение пяти основных видов ЧВП: оконное преобразование Фурье (Short-Time Fourier Transform, или STFT), вейвлет-преобразование (Wavelet Transform, или WT), псевдопреобразование Вигнера – Вилля (Smoothed Pseudo Wigner Distribution, или SPWD), преобразование Чои – Вильямса (Choi-Williams Distribution, или ChWD) и псевдопреобразование Гильберта – Хуанга (Hilbert-Huang Transform, или ННТ). Несомненно, каждый вид ЧВП имеет свои сильные и слабые стороны, но прежде всего они отличаются друг от друга помехоустойчивостью и частотно-временным разрешением, что экспериментально определяется путем их сравнения на модельных сигналах или контрольных выборках. Однако работы по их комплексному сравнению на одних и тех же выборках нам неизвестны, что не обеспечивает прозрачности их выбора и применения для разных задач в акустико-эмиссионном методе.

Цель работы – сравнительный анализ эффективности применения основных видов ЧВП для распознавания сигналов АЭ, в качестве которых были выбраны три вида специальных модельных сигналов: первый – синтезированный из синусоид строго заданного частотного диапазона с интегрированной дельта-функцией; второй – экспериментально полученный сигнал дискретной АЭ, разложенный в акустическом канале на дисперсионные моды; третий – экспериментально полученный сигнал непрерывной АЭ от истечения воздуха через калиброванное отверстие.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Предметом исследований являются перечисленные выше основные виды ЧВП, которые подробно математически описаны в литературных источниках: STFT, WT, SPWD и ChWD в [15; 16], а ННТ в [17; 18]. Отметим, что общей сутью ЧВП является разделение сигнала на малые временные отрезки – кадры (рис. 1) с последующим их разложением по базисным функциям. У каждого ЧВП эти функции свои: при STFT используются бесконечные гармонические функции; при WT – короткие волновые функции разного вида (вейвлеты); при SPWD и ChWD – автокорреляционная функция анализируемого сигнала, получаемая сверткой его фрагментов на рассматриваемом временном отрезке; при ННТ – эмпирические модовые декомпозиции анализируемого сигнала, являющиеся средним между огибающими его максимумами и минимумами на разном масштабном уровне. Однако даже из такого краткого описания видно, что разрешение SPWD, ChWD и ННТ зависит от свойств самого анализируемого сигнала, а STFT и WT – от уровня согласованности свойств сигнала с нормированной базисной функцией.

Методами исследования являются специальные модельные сигналы заданного вида, применяющиеся для исследования эффективности различных алгоритмов обработки в теории сигналов и методе АЭ [19–21]. При этом все сигналы относительно минимального условия Котельникова (Найквиста – Шеннона) имели избыточное количество отсчетов в сигнале, так как соотношение [частота дискретизации = 2 МГц / максимальная частота спектра = 500 кГц]=4>2.

Первый модельный сигнал (рис. 2 а) синтезирован на компьютере и имеет четыре части. Первая часть ($t_1 \div t_2 = 0 \div 830$ мкс) представляет собой синусоидальный сигнал постоянной амплитуды с линейно изменяющейся частотой от $f_1 = 90$ до $f_2 = 180$ кГц (Sine Sweep-сигнал, или chirp-сигнал). Вторая часть ($t_2 \div t_3 = 830 \div 1460$ мкс) – синусоида частотой $f_2 = 180$ кГц. Третья часть ($t_3 \div t_{rec} = 1460 \div 2000$ мкс) – синусоида частотой $f_3 = 365$ кГц. Четвертая часть сигнала – δ -функция Дирака, вставленная в третью часть сигнала на $t_4 = 1770$ мкс.

Второй и третий модельные сигналы (рис. 3 а и 4 а) получены на универсальном учебно-исследовательском стенде, подробное описание которого приведено в [22]. При этом второй сигнал генерировался имитатором Су Нельсона [7] и претерпел дисперсию при распространении на расстояние 1 м в стальной стенке макета сосуда давления (объемного макета) толщиной 8 мм. Третий модельный сигнал представляет собой запись акустического шума, сопровождающего истечение воздуха через отверстие диффузора $\varnothing 0,75$ мм с перепадом давления 0,4 МПа. Регистрация акустико-эмиссионных сигналов 2-го и 3-го типа со стенда проводилась системой A-Line 32D PCI-8E (ООО «Интерюнис-ИТ», Москва) с полосовыми пьезопреобразователями П111-(0,05-0,8) и предварительными усилителями ПАЭФ-014 при общем усилении 26 дБ.

Полученные модельные сигналы позволяют исследовать частотно-временные трансформации, так как имеется точное знание их положения по времени и частоте. Так, первый модельный сигнал позволяет наглядно показать погрешность расчета относительно жестко заданных частот f_j и временных точек их изменения в сигнале t_i , второй – правильность оценки дисперсионного разложения сигнала на две главные нулевые моды волн Лэмба (A_0 – ассиметричная, S_0 – симметричная), которые для объекта в виде пластины хорошо поддаются расчету. При этом расстояние между источником и преобразователем АЭ выбиралось так, чтобы их амплитуды значительно отличались друг от друга ($A_0/S_0 \sim 5$ раз или 14 дБ). Расчет теоретических дисперсионных кривых волн Лэмба, представленных на рис. 3, проводился по [23] с последующим переводом их в координаты «частота/время» и наложением на спектрограмму способом [21]. Здесь контрольными параметрами являются время прихода A_0 и S_0 мод по их пиковым значениям, зная которые можно установить величину соотношения их пиковых энергетических значений A_0/S_0 в амплитудной и частотных областях (где A_0/S_0 заменяется отношением пиковых значений спектральной плотности мощности (G_{A_0}/G_{S_0}) вблизи t_{A_0} и t_{S_0} соответственно).

Третий вид модельного сигнала представляет собой шумоподобный источник в виде чередующихся пульсаций (пачек сигналов) уплотнения и разряжения выходящего через жиклер воздуха, резонансные частоты которых подчиняются закону кратности обертонов [24]. Поэтому из-за близости амплитуд пачки сигналов плохо видны в амплитудно-временной области и хорошо в частотно-временной. При этом минимальное искажение пачек достигалось установкой преобразователя АЭ (записью АЭ) непосредственно в месте истечения воздуха (вблизи жиклера). Здесь контрольными параметрами

являются количество пачек акустико-эмиссионных сигналов (N), различимых в частотных областях, а также значения основной частоты АЭ (f_0) и ее первой и второй гармоник ($f_1=2\cdot f_0$ и $f_2=3\cdot f_0$) и f' – ложные частоты, или артефакты, которые возникли при ЧВП. При расчете по [24] для гладкого канала диаметром диффузора и перепада давления, указанного выше, получено $f_0=93$ кГц, $f_1=186$ кГц, $f_2=279$ кГц.

Среднее значение и доверительный интервал оценки всех контрольных параметров определялись методом Стьюдента при уровне надежности 0,95. Чтобы учесть в оценке размах изменения частотных параметров, их первое значение соответствовало максимальному значению на контрольной временной метке, а второе и третье принималось при $\pm 2\sigma$ его распределения, где σ – среднеквадратичное отклонение.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Рассматриваемые результаты ЧВП выбранных модельных сигналов получены при многоитерационном вычислении с изменением всех возможных настроечных (управляющих) параметров преобразований (см. подробнее в литературных источниках по каждому виду ЧВП, указанных выше) так, чтобы достичь максимально лучшего результата их применения ко всем модельным сигналам одновременно. В связи с этим диапазон изменения величин спектральных составляющих между спектрограммами ЧВП существенно различается, поэтому цвет на рис. 2–4 показывает диапазон изменения спектральных составляющих условно.

Результаты применения исследуемых ЧВП к модельным сигналам показаны на рис. 2–4 и сведены в таблицы 1–3. Из них следует, что ЧВП одинаково отображают основные закономерности изменения в сигналах, но с разной степенью детализации (частотно-временным разрешением). Рассмотрим эти результаты подробнее.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Известно, что при достаточном соотношении частоты дискретизации к ширине анализируемого частотного диапазона результат STFT определяется типом используемой оконной функции, которая позволяет управлять эффектом перетекания энергии в спектральные составляющие основного лепестка (боковые лепестки) [16]. Подробное исследование большого числа оконных функций для Фурье-преобразования приведено в работах [25; 26]. В настоящей работе исследовались основные из них: треугольное окно Барлетта, окно Ханнинга, окно Хэмминга, окно Блэкманна, окно Гаусса и окно Блэкманна – Харриса. Лучшие результаты получены при использовании последнего окна, поэтому далее обсуждаются только они.

При STFT среднее расхождение определения контрольных временных точек изменения в сигналах 1-го и 2-го типа составляет 8,34 мкс, а частот (по 1 сигналу) – 0,45 кГц. По ширине полос вокруг главного максимума на рис. 1–3 и доверительному интервалу в таблицах 1 и 2 видно, что точность STFT с окном Блэкманна – Харриса более чем в 4 раза уступает ННТ, ChWD и SPWD, но лучше WT в 2 раза. При этом WT имеет в 1,2 раза меньшее среднее расхождение определения контрольных

временных точек в сигналах 1-го и 2-го типа, которое составляет 6,94 мкс, но в 13 раз большее частотное расхождение, которое составляет (по 1 сигналу) 6,05 кГц. При WT специально использовался только один вид базисной функции – вейвлет Морле, который, исходя из литературного обзора, наиболее часто применяется в практике АЭ. Известно, что эффективность применения WT всецело определяется правильностью выбора типа вейвлета, который зачастую субъективен [27]. Поэтому, скорее всего, подбором оптимального вейвлета для каждого типа сигнала возможно улучшить полученные результаты, но этот вопрос есть смысл исследовать при адаптации WT под каждую конкретную задачу. В данной работе ставилась задача исследовать универсальность применения основного в методе АЭ вейвлета для обнаружения сигналов нескольких типов.

Из рис. 2–4 и таблиц 1–3 видно, что минимальные доверительные интервалы, а значит, разброс значений имеют преобразования ННТ, ChWD и SPWD. Расхождение определения контрольных временных точек изменения в сигналах 1-го и 2-го типа составляет 8,57; 6,55 и 5,37 мкс и частот (по 1 сигналу) – 0,35; 0,4 и 0,4 кГц соответственно, т. е. они обладают лучшим частотным разрешением. Однако преобразования SPWD и ChWD имеют существенные интерференционные артефакты, что хорошо видно на рис. 2–4 и в таблицах 1 и 3, по параметру f' . Артефакты имеют STFT и WT, но они гораздо меньше по энергетическому уровню относительно частотных составляющих, где происходит главное изменение, поэтому возможно их подавление более простыми средствами. Сравнивая SPWD и ChWD между собой, видим, что ChWD имеет меньшее количество интерференционных составляющих вокруг главных частотных изменений в сигнале, но существенные артефакты в низкочастотной области, которая наиболее важна при анализе сигналов, полученных в условиях высокого затухания.

Рис. 3 показывает, что результат ЧВП максимально близок к расчетным дисперсионным кривым у SPWD, ChWD и ННТ. При этом ННТ позволяет разглядеть флуктуации частоты на моде S_0 , что недоступно при применении других преобразований. Однако при пятикратной разнице амплитуды между модой S_0 и A_0 четкой видимой на спектрограммах остается только мода S_0 . STFT и WT при худшем частотном разрешении отображают моду A_0 с достаточным для ее идентификации энергетическим уровнем с близким к расчетному соотношению A_0/S_0 (таблица 2). Последнее логично вытекает из теоремы Парсевала, однако поскольку для достижения лучших результатов использовались процедуры усреднения по всем осям, то возможны отклонения A_0/S_0 от расчетного значения, которые должны быть учтены при ЧВП, что и проверялось. В отличие от STFT и WT, повышение чувствительности SPWD и ChWD невозможно, поскольку ему сопутствует увеличение ложных частотных составляющих (артефактов) либо критическое снижение частотно-временного разрешения.

Для ННТ в [17; 18] показано, что процедура ЧВП самодостаточна (адаптивна) и в стандартной реализации не имеет настроечных параметров. Возможно, сегодня имеются модификации ННТ, включающие настроечные (управляющие) параметры, позволяющие

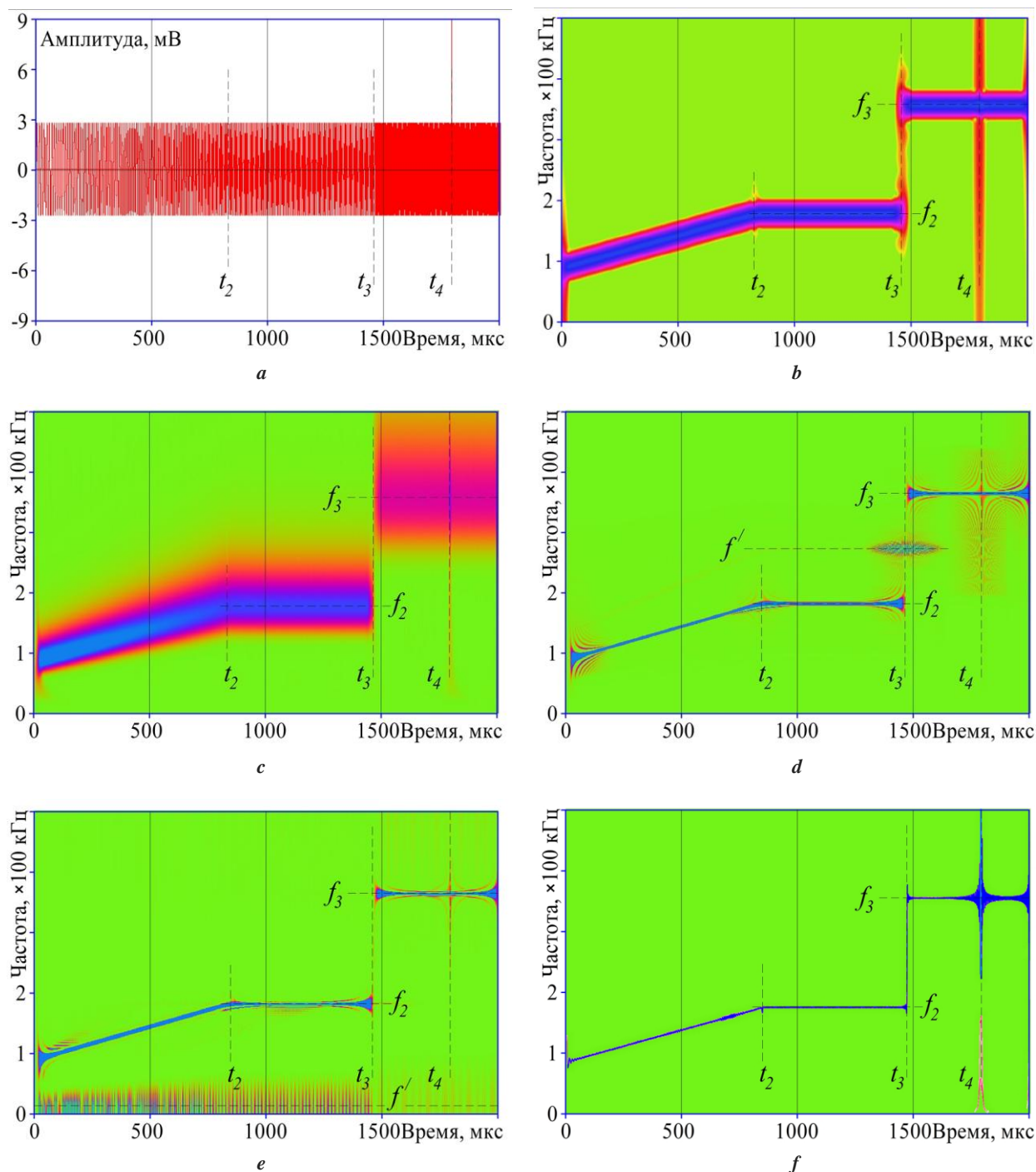


Рис. 2. Общий вид модельного сигнала (а) и его частотно-временное представление, полученное с помощью преобразования: STFT (b), WT (c), SPWD (d), ChWD (e), HHT (f).

На рисунке обозначены: цвет – условный диапазон изменения мощности (min max); t_i – временная точка изменения в сигнале ($i=1...4$); f_j – частота синусоиды ($j=1...3$); f' – ложные частоты, или артефакты, которые возникли при ЧВП

Fig. 2. General view of a simulated signal (a) and its time-frequency representation obtained using the transformation: STFT (b), WT (c), SPWD (d), ChWD (e), and HHT (f).

The figure shows: color – the conditional range of power changes (min max); t_i – the time point of change in the signal ($i=1...4$); f_j – the sine curve frequency ($j=1...3$), f' – false frequencies or artifacts occurred during the time-frequency transformations

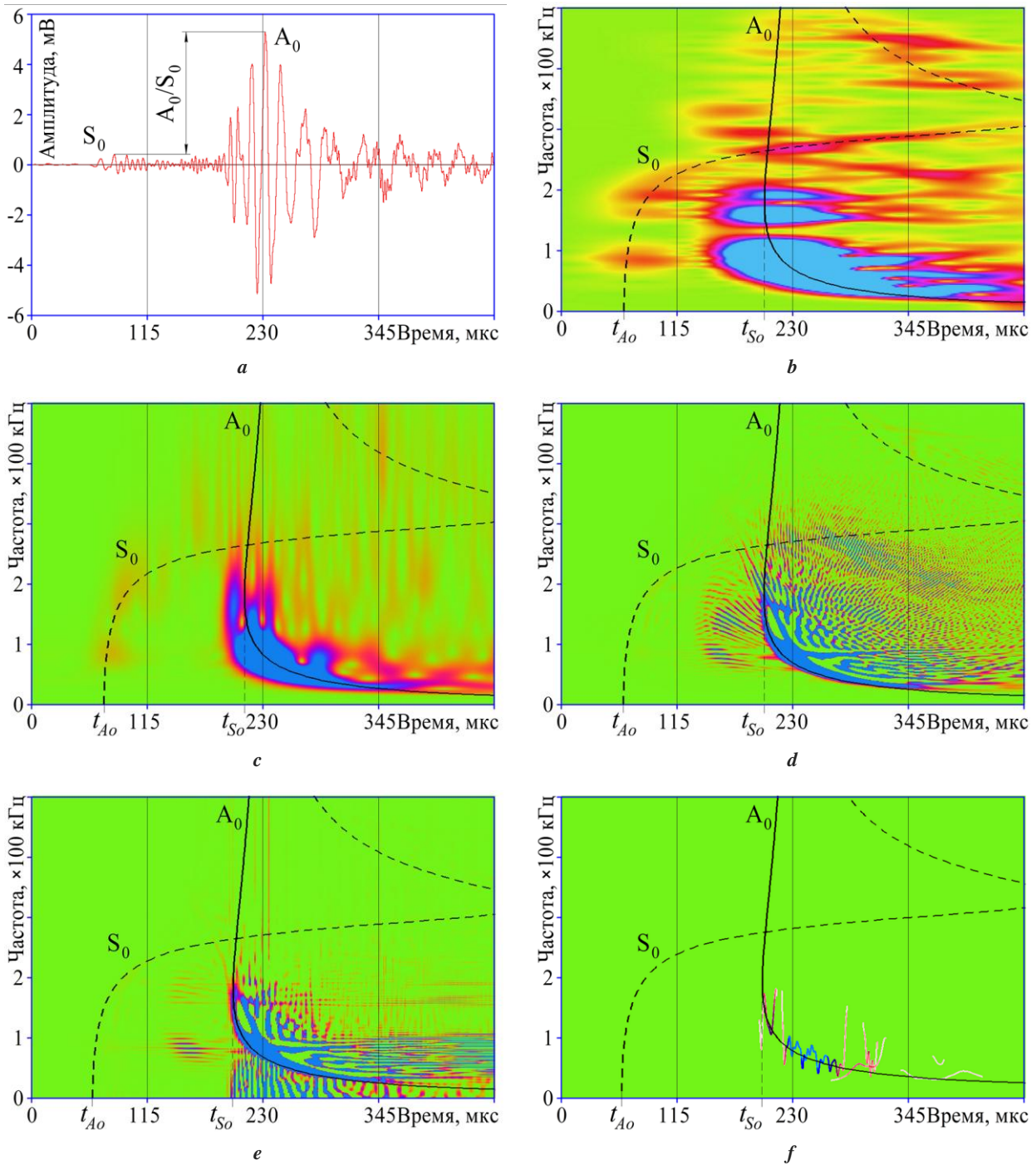


Рис. 3. Общий вид сигнала от источника Су Нельсона (а) и его частотно-временное представление, полученное с помощью преобразования: STFT (b), WT (c), SPWD (d), ChWD (e), HHT (f).

На рисунке обозначены: цвет – условный диапазон изменения мощности (min max); линии: — – мода A₀, - - - - мода S₀; t_{A0} и t_{S0} – время прихода A₀ и S₀ мод соответственно

Fig. 3. General view of a signal from the Hsu Nelson source (a) and its time-frequency representation obtained using the transformation: STFT (b), WT (c), SPWD (d), ChWD (e), HHT (f).

The figure shows: color – the conditional range of power changes (min max); line: — – A₀ - phase, - - - – S₀ - phase; t_{A0} and t_{S0} – the arrival time of A₀ and S₀ phases, respectively

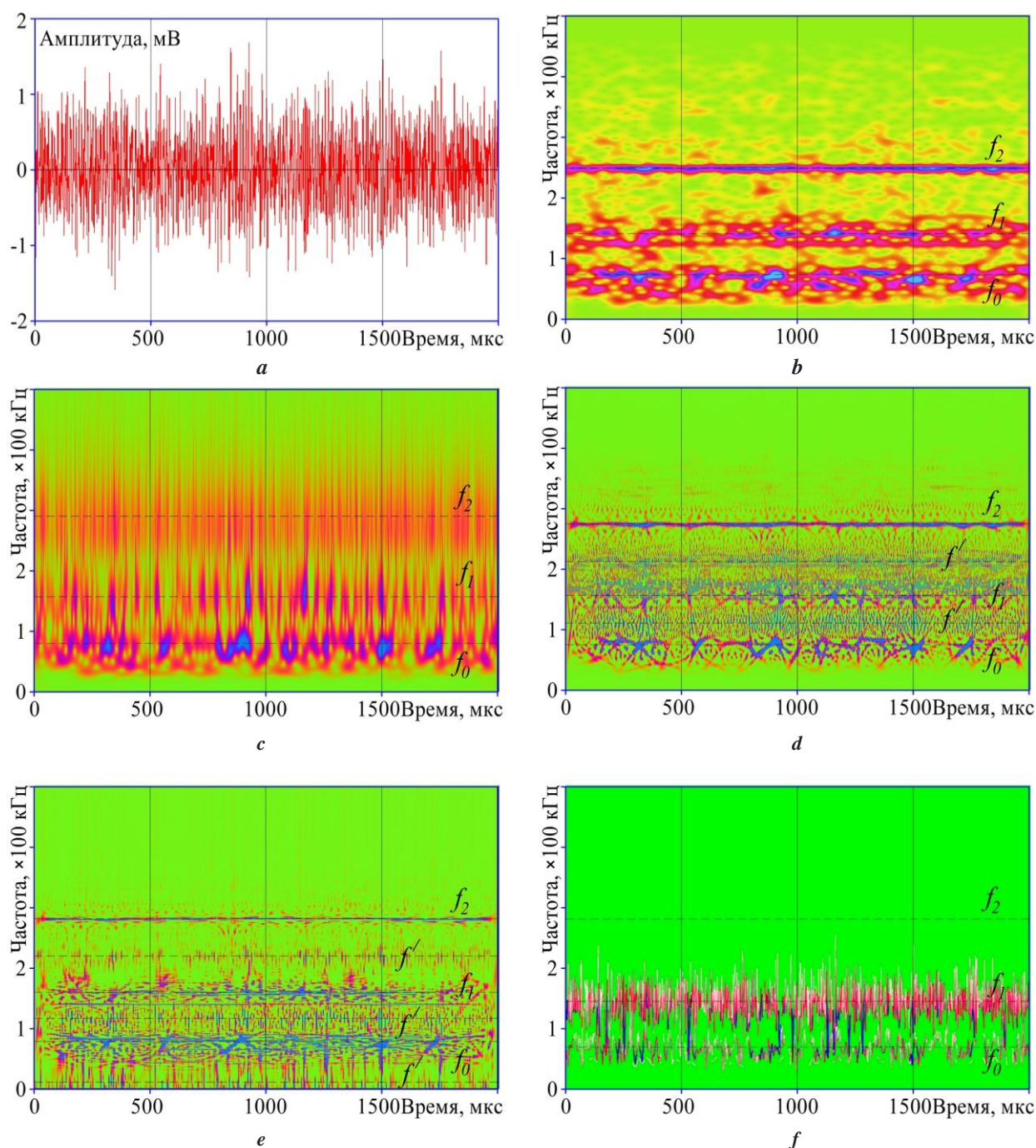


Рис. 4. Общий вид сигнала от истечения воздуха через отверстие (а) и его частотно-временное представление, полученное с помощью преобразования: STFT (b), WT (c), SPWD (d), ChWD (e), HHT (f).

На рисунке обозначены: цвет – условный диапазон изменения мощности (min max); f_0 – основная частота сигнала; f_1 и f_2 – гармоники f_0 ; f' – ложные частоты, или артефакты, которые возникли при ЧВП

Fig. 4. General view of a signal from the air outflow through the hole (a) and its time-frequency representation obtained using the transformation: STFT (b), WT (c), SPWD (d), ChWD (e), and HHT (f).

The figure shows: color – the conditional range of power changes (min max); f_0 – the signal main frequency; f_1 and f_2 – the harmonics f_0 ; f' – false frequencies, or artifacts occurred during the time-frequency transformations

Таблица 1. Оценка ЧВП по контрольным параметрам модельного сигнала 1-го типа
Table 1. Estimation of time-frequency transformations according to the control parameters of a 1st-type model signal

Параметр сравнения	Реальное значение	Определенное по спектрограмме значение				
		STFT	WT	SPWD	ChWD	HHT
t_2 , мкс	830,0	826,9±36,6	828,1±75,8	833,7±15,9	833,4±13,9	832,9±10,8
t_3 , мкс	1460,0	1458,1±49,6	1461,6±17,6	1463,7±12,2	1462,9±5,2	1460,8±3,0
t_4 , мкс	1770,0	1786,5±37,9	1782,3±5,5	1785,8±136,5	1780,8±11,5	1779,8±25,7
f_2 , кГц	180,0	180,7±43,4	185,9±87,3	180,6±5,6	180,7±9,2	180,2±3,2
f_3 , кГц	365,0	364,8±46,5	371,2±122,9	364,9±4,8	364,9±12,2	365,6±2,9
f' , кГц	нет	нет	нет	272,1±5,5	25,1±46,0	нет

Примечание: t_i – временная точка изменения в сигнале ($i=1 \dots 4$); f_j – частота синусоиды ($j=1 \dots 3$); f' – ложные частоты, или артефакты, которые возникли при частотно-временном преобразовании.

Note. t_i – the time point of change in a signal ($i=1 \dots 4$); f_j – the sine curve frequency ($j=1 \dots 3$); f' – false frequencies, or artifacts occurred during the time-frequency transformations.

Таблица 2. Оценка ЧВП по контрольным параметрам модельного сигнала 2-го типа
Table 2. Estimation of time-frequency transformations according to the control parameters of a 2nd-type model signal

Параметр сравнения	Расчетное значение	Определенное по спектрограмме значение				
		STFT	WT	SPWD	ChWD	HHT
t_{S_0} , мкс	68,5	69,3±62,7	74,6±28,0	нет	нет	нет
t_{A_0} , мкс	195,5	214,9±101,8	208,3±42,9	206,6±26,9	204,6±20,5	203,5±11,8
A_0/S_0	~25,0*	23,2±2,8	30,6±4,5	нет	нет	нет

Примечание: t_{A_0} и t_{S_0} – время прихода A_0 и S_0 мод соответственно; * – приблизительное значение, рассчитанное как $A_0/S_0 \sim 5$ раз по амплитуде или $\sim 5^2 = 25$ раз по энергетическим параметрам.

Note. t_{A_0} and t_{S_0} – the arrival time of A_0 and S_0 phases, respectively; * – approximate value calculated as $A_0/S_0 \sim 5$ times against the amplitude or $\sim 5^2 = 25$ times against the energy parameters.

Таблица 3. Оценка ЧВП по контрольным параметрам модельного сигнала 3-го типа
Table 3. Estimation of time-frequency transformations according to the control parameters of a 3rd-type model signal

Параметр сравнения	Расчетное значение	Определенное по спектрограмме значение				
		STFT	WT	SPWD	ChWD	HHT
f_0 , кГц	93,0	79,1±30,6	78,7±48,2	80,8±19,5	78,2±28,6	70,4±44,9
f_1 , кГц	186,0	155,7±28,9	169,7±72,4	153,7±20,6	156,2±21,8	145,8±85,2
f_2 , кГц	279,0	248,5±14,7	301,1±125,4	270,3±9,3	274,4±7,1	нет
f' , кГц	нет	нет	нет	120,8±25,5 216,2±13,6	15,3±28,1 113,3±25,1 214,2±18,7	нет
N , шт.	нет	11,0±2,0	14,0±6,0	18,0±7,0	16,0±3,0	13,0±4,0

Примечание: N – количество пачек акустико-эмиссионных сигналов; f_0 – основная частота сигнала;

f_1 и f_2 – первая и вторая гармоника f_0 ; f' – ложные частоты, или артефакты, которые возникли при ЧВП.

Note. N – the quantity of bursts of acoustic-emission signals; f_0 – the signal main frequency; f_1 and f_2 – the first and the second harmonics of f_0 ; f' – false frequencies, or artifacts occurred during the time-frequency transformations.

выделить моду A_0 при рассматриваемых условиях, но поскольку на момент выполнения работы такие публикации в открытых источниках нами найдены не были, то этот вопрос не исследовался.

Из таблицы 3 видно, что для всех ЧВП расчетные значения f_0 , f_1 и f_2 отличаются от экспериментальных в среднем на 15,5 кГц, но с четким сохранением условия кратности обертонов. Указанное отличие, по нашему мнению, связано с тем, что в использованной расчетной модели не учитывается длина канала и расширение на выходе жиклера. Однако при наличии одинаковой (систематической) для всех ЧВП ошибки проведение их сравнения по полученным данным можно считать корректным. Несмотря на хорошее частотное разрешение, из-за интерференционных составляющих при SPWD и ChWD затруднительно в непрерывном сигнале выделить пачки акустико-эмиссионных сигналов, что и определяет высокую погрешность оценки N (рис. 4, таблица 3). STFT, WT и ННТ формируют более различные области концентрации энергии, которые при наложении спектрограмм совпадают по временному и частотному положению. При этом рис. 4 с показывает, что вейвлет Морле (Morlet) при худшем частотном разрешении имеет хорошую временную локализацию пульсаций с более заметным отличием по энергии. STFT также отображает эти изменения, но с меньшей энергетической разницей между основными составляющими в разных частотных областях. ННТ показывает самую четкую временную локализацию изменения частотных составляющих, но, как и в случае выше, не отображает менее энергетическую гармонику f_2 , которую четко показывают все остальные преобразования.

Таким образом, продемонстрировано, что STFT, WT и ННТ имеют преимущество перед SPWD и ChWD в виде отсутствия интерференционных составляющих (артефактов). Использование способов борьбы с этим эффектом согласно [16] показало, что при уменьшении сглаживания результат ChWD приближается к SPWD, который, в свою очередь, стремится к STFT. Поэтому для каждого применения SPWD и ChWD необходим поиск баланса между количеством ложных акустико-эмиссионных событий и подавляемой полезной информации низкого энергетического уровня, таких как мода A_0 на рис. 3. Кроме того, высокая вычислительная сложность и отсутствие быстрых алгоритмов SPWD и ChWD затрудняет их использование при обработке сигналов в реальном времени (онлайн) [16].

ННТ показал самое высокое частотно-временное разрешение, однако из-за отсутствия параметров управления в базовом алгоритме преобразования он не позволил выявить моду A_0 с пятикратным амплитудным различием (~14 дБ). Кроме этого, в [17; 18] показано, что при применении алгоритмов шумоподавления ННТ теряет свое преимущество в виде быстрого счета, что также ограничивает возможность его применение в режиме онлайн, особенно при обработке сигналов непрерывного вида. Таким образом, несмотря на то, что по полученным результатам видно преимущество ННТ перед другими ЧВП, вопрос его применения для анализа акустико-эмиссионных сигналов еще требует дальнейших исследований и проработки.

Для обеспечения высокого частотного разрешения при применении WT необходимо выполнение подгото-

вительных работ по поиску оптимальной базисной функции для каждого конкретного вида акустико-эмиссионного сигнала. Из этого следует, что для непрерывной АЭ, которая чаще всего формируется несколькими одновременно действующими источниками АЭ разного вида, подбор оптимального вейвлета для анализа сигналов является нетривиальной и отдельно стоящей задачей. При этом работы [27; 28] показывают, что в случаях большой вероятности неудачного выбора базисной функции WT его следует заменять на более надежные ЧВП типа STFT. Однако, как показано выше, если главные частотные составляющие сигнала не являются ближайшими (соседними), то применение WT приемлемо даже с неоптимальной базовой функцией, так как обеспечивается выделение концентрации мощности с высоким временным разрешением.

При STFT эффекты перетекания энергии в боковые лепестки могут быть скомпенсированы выбором длины окна и процедуры сглаживания на его концах. При достаточном запасе в соотношении [частота дискретизации / максимальная частота спектра] STFT позволяет получить частотно-временное разрешение на уровне других ЧВП. Конечно, это требует большего объема для хранения данных и более скоростных средств их записи и обработки, но данный вопрос не является проблемным для сегодняшнего уровня развития акустико-эмиссионной аппаратуры. Кроме того, STFT сегодня является основой гармонического анализа, описывается с помощью двух действительных функций (\sin , \cos) или одной комплексной (\exp), а также имеет достаточно простые физические интерпретации, наиболее полные теоретические выкладки/доказательства и множество хорошо отработанных быстрых алгоритмов расчета, позволяющих организовать алгоритмы обработки акустико-эмиссионных данных в режиме онлайн. Поэтому STFT можно считать алгоритмом «по умолчанию», т. е. его применение всегда гарантирует результат, пусть даже не лучший по сравнению с другими ЧВП.

ВЫВОДЫ

1. Управляющие параметры всех исследованных ЧВП, кроме преобразования ННТ, позволяют регулировать частотно-временное разрешение в достаточно широком диапазоне, но при необходимом запасе в соотношении [частота дискретизации / максимальная частота спектра]. При этом добиться относительно универсальной настройки ЧВП одновременно для выделения основных особенностей дискретной и непрерывной (АЭ) возможно только у STFT и WT.

2. При выборе ЧВП для исследования дискретной АЭ следует отдавать предпочтение преобразованиям SPWD, ChWD и ННТ. WT следует использовать только после определения оптимального вейвлета под каждый конкретный вид сигнала. Несмотря на то, что STFT более универсально для анализа дискретной АЭ, его следует рассматривать в последнюю очередь и только при запасе в соотношении [частота дискретизации / максимальная частота спектра] ≥ 4 и после подбора оптимальной оконной функции.

3. При выборе ЧВП для исследования непрерывной АЭ следует отдавать предпочтение STFT и WT, но с учетом условий, приведенных для них в п. 2 выводов.

4. ННТ показал самое высокое частотно-временное разрешение и для дискретной, и для непрерывной АЭ. Поэтому он представляется весьма перспективным ЧВП для применения в акустико-эмиссионном методе, однако способы повышения его чувствительности и выделения основной информации из спектрограмм еще требуют глубокой проработки.

5. Для максимально эффективного использования выявленных преимуществ исследованных ЧВП для выявления сигналов АЭ разного типа и уровня требуется проработка вопроса комплексного применения либо нескольких ЧВП, либо нескольких настроек внутри одного ЧВП (например, несколько уровней сглаживания ChWD или нескольких вейвлетов WT) к анализу одной записи АЭ, но в несколько этапов (подходов).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Caesarendra W., Tjahjowidodo T. A Review of Feature Extraction Methods in Vibration-Based Condition Monitoring and Its Application for Degradation Trend Estimation of Low-Speed Slew Bearing // *Machines*. 2017. Vol. 5. № 4. Article number 21. DOI: [10.3390/machines5040021](https://doi.org/10.3390/machines5040021).
- Растегаев И.А., Данюк А.В., Виноградов А.Ю., Мерсон Д.Л., Растегаева И.И. Анализ шумоподобных сигналов акустической эмиссии способами широкополосной фильтрации // *Контроль. Диагностика*. 2014. № 8. С. 49–55. DOI: [10.14489/td.2014.08.pp.049-056](https://doi.org/10.14489/td.2014.08.pp.049-056).
- Shivani G., Vandna B. Signal Analysis for High Speed Acoustic Data Using Acoustic Emission Analysis Tool // *International Journal of Science and Research (IJSR)*. 2015. Vol. 4. № 12. P. 541–544. DOI: [10.21275/v4i12.nov151837](https://doi.org/10.21275/v4i12.nov151837).
- Vaezi Y., Van der Baan M. Comparison of the STA/LTA and power spectral density methods for microseismic event detection // *Geophysical Journal International*. 2015. Vol. 203. № 3. P. 1896–1908. DOI: [10.1093/gji/ggv419](https://doi.org/10.1093/gji/ggv419).
- Rastegaev I.A., Merson D.L., Rastegaeva I.I., Vиноградов А.Ю. A Time-Frequency based Approach for Acoustic Emission Assessment of Sliding Wear // *Lubricants*. 2020. Vol. 8. № 5. Article number 52. DOI: [10.3390/lubricants8050052](https://doi.org/10.3390/lubricants8050052).
- Чешев М.Е., Кульков Д.С. Кластерный анализ ключевых признаков акустоэмиссионных сигналов образцов горных пород. Часть 1. Обзор алгоритмов кластеризации // *Вестник Кыргызско-российского славянского университета*. 2019. Т. 19. № 8. С. 160–164.
- Иванов В.И., Барат В.А. Акустико-эмиссионная диагностика. М.: Спектр, 2017. 368 с.
- Ono K. Acoustic Emission // *Springer Handbook of Acoustics*. New York: Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2014. P. 1209–1229. DOI: [10.1007/978-1-4939-0755-7_30](https://doi.org/10.1007/978-1-4939-0755-7_30).
- Фирсов А.В., Посадов В.В. Диагностика дефектов подшипников качения при стендовой доводке малогабаритного высокооборотного газотурбинного двигателя с помощью спектрального анализа вибрации // *Контроль. Диагностика*. 2013. № 7. С. 40–47.
- Яблоков А.В., Сердюков А.С. Метод автоматизированного извлечения дисперсионных кривых на основе временно-частотного распределения сейсмических данных // *Геофизические технологии*. 2018. № 3. С. 48–58. DOI: [10.18303/2619-1563-2018-3-5](https://doi.org/10.18303/2619-1563-2018-3-5).
- Chi-Duran R., Comte D., Diaz M., Silva J.F. Automatic detection of P- and S-wave arrival times: new strategies based on the modified fractal method and basic matching pursuit // *Journal of Seismology*. 2017. Vol. 21. № 5. P. 1171–1184. DOI: [10.1007/s10950-017-9658-0](https://doi.org/10.1007/s10950-017-9658-0).
- Kaul B.C., Lawler B., Zahdeh A. Engine Diagnostics Using Acoustic Emissions Sensors // *SAE International Journal of Engines*. 2016. Vol. 9. № 2. P. 684–692. DOI: [10.4271/2016-01-0639](https://doi.org/10.4271/2016-01-0639).
- Feng Z., Liang M., Chu F. Recent advances in time-frequency analysis methods for machinery fault diagnosis: A review with application examples // *Mechanical Systems and Signal Processing*. 2013. Vol. 38. № 1. P. 165–205. DOI: [10.1016/j.ymssp.2013.01.017](https://doi.org/10.1016/j.ymssp.2013.01.017).
- Yan J., Laflamme S., Singh P., Sadhu A., Dodson J. A Comparison of Time-Frequency Methods for Real-Time Application to High-Rate Dynamic Systems // *Vibration*. 2020. Vol. 3. № 3. P. 204–216. DOI: [10.3390/vibration3030016](https://doi.org/10.3390/vibration3030016).
- Лазоренко О.В., Черногор Л.Ф. Сверхширокополосные сигналы и физические процессы. 2. Методы анализа и применение // *Радиофизика и радиоастрономия*. 2008. Т. 13. № 4. С. 270–322.
- Меркушева А.В. Классы преобразований нестационарного сигнала в информационно-измерительных системах. II. Время-частотные преобразования // *Научное приборостроение*. 2002. Т. 12. № 2. С. 59–70.
- Huang N.E., Shen S.S.P. Hilbert–Huang Transform and Its Applications. *Interdisciplinary Mathematical Sciences*. Vol. 5. Singapore: World Scientific Publishing Co, 2014. 311 p. DOI: [10.1142/5862](https://doi.org/10.1142/5862).
- Liu Y., An H., Bian S. Hilbert-Huang Transform and the Application // *Proceedings of IEEE International Conference on Artificial Intelligence and Information Systems*. 2020. № 20-22. P. 534–539. DOI: [10.1109/ICAIS49377.2020.9194944](https://doi.org/10.1109/ICAIS49377.2020.9194944).
- Novak A., Lotton P., Simon L. Synchronized Swept-Sine: Theory, Application, and Implementation // *AES: Journal of the Audio Engineering Society*. 2015. Vol. 63. № 10. P. 786–798. DOI: [10.17743/jaes.2015.0071](https://doi.org/10.17743/jaes.2015.0071).
- Dhar S.S., Kundu D., Das U. Tests For the Parameters of Chirp Signal Model // *IEEE Transactions on Signal Processing*. 2019. Vol. 67. № 16. P. 4291–4301. DOI: [10.1109/TSP.2019.2928996](https://doi.org/10.1109/TSP.2019.2928996).
- Герентьев Д.А. Идентификация сигналов акустической эмиссии при помощи частотно-временного анализа // *В мире неразрушающего контроля*. 2013. Т. 60. № 2. С. 51–55.
- Rastegaev I.A., Danyuk A.V., Merson D.L., Vиноградов А.Ю. Universal Educational and Research Facility for the Study of the Processes of Generation and Propagation of Acoustic Emission Waves // *Inorganic Materials*. 2017. Vol. 53. № 15. P. 1548–1554. DOI: [10.1134/S0020168517150158](https://doi.org/10.1134/S0020168517150158).
- Викторов И.А. Физические основы применения ультразвуковых волн Рэлея и Лэмба в технике. М.: Наука, 1966. 168 с.

24. Дробот Ю.Б., Грешников В.А., Бачегов В.Н. Акустическое контактное течеискание. М.: Машиностроение, 1989. 120 с.
25. Харрис Ф.Дж. Использование окон при гармоническом анализе методом дискретного преобразования Фурье // Труды института инженеров по электротехнике и радиоэлектронике (ТИИЭР). 1978. Т. 6. № 1. С. 60–96.
26. Nuttall A.H. Some Windows with Very Good Sidelobe Behavior // IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing. 1981. Vol. 29. № 1. P. 84–91.
27. Короновский А.А., Храмов А.Е. Непрерывный вейвлетный анализ и его приложения. М.: Физматлит, 2003. 176 с.
28. Добеши И. Всплески и другие методы локализации в фазовом пространстве // Международный конгресс математиков в Цюрихе. М.: Мир, 1999. С. 84–108.
10. Yablokov A.V., Serdyukov A.S. Method of automated extracting of dispersion curves based on time-frequency distribution of seismic datav. *Geofizicheskie tehnologii*, 2019, no. 3, pp. 48–58. DOI: [10.18303/2619-1563-2018-3-5](https://doi.org/10.18303/2619-1563-2018-3-5).
11. Chi-Duran R., Comte D., Diaz M., Silva J.F. Automatic detection of P- and S-wave arrival times: new strategies based on the modified fractal method and basic matching pursuit. *Journal of Seismology*, 2017, vol. 21, no. 5, pp. 1171–1184. DOI: [10.1007/s10950-017-9658-0](https://doi.org/10.1007/s10950-017-9658-0).
12. Kaul B.C., Lawler B., Zahdeh A. Engine Diagnostics Using Acoustic Emissions Sensors. *SAE International Journal of Engines*, 2016, vol. 9, no. 2, pp. 684–692. DOI: [10.4271/2016-01-0639](https://doi.org/10.4271/2016-01-0639).
13. Feng Z., Liang M., Chu F. Recent advances in time-frequency analysis methods for machinery fault diagnosis: A review with application examples. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 2013, vol. 38, no. 1, pp. 165–205. DOI: [10.1016/j.ymssp.2013.01.017](https://doi.org/10.1016/j.ymssp.2013.01.017).
14. Yan J., Laflamme S., Singh P., Sadhu A., Dodson J. A Comparison of Time-Frequency Methods for Real-Time Application to High-Rate Dynamic Systems. *Vibration*, 2020, vol. 3, no. 3, pp. 204–216. DOI: [10.3390/vibration3030016](https://doi.org/10.3390/vibration3030016).
15. Lazorenko O.V., Chernogor L.F. Ultra-wideband signals and physical processes. 2. Methods of analysis and application. *Radiofizika i radioastronomiya*, 2008, vol. 13, no. 4, pp. 270–322.
16. Merkusheva A.V. Transformation classes for nonstationary signals in information measurement systems. II. Time-frequency transforms. *Nauchnoe priboroostroenie*, 2002, vol. 12, no. 2, pp. 59–70.
17. Huang N.E., Shen S.S.P. *Hilbert–Huang Transform and Its Applications. Interdisciplinary Mathematical Sciences*. Singapore, World Scientific Publ., 2014. Vol. 5, 311 p. DOI: [10.1142/5862](https://doi.org/10.1142/5862).
18. Liu Y., An H., Bian S. Hilbert-Huang Transform and the Application. *Proceedings of IEEE International Conference on Artificial Intelligence and Information Systems*, 2020, no. 20-22, pp. 534–539. DOI: [10.1109/ICAIS49377.2020.9194944](https://doi.org/10.1109/ICAIS49377.2020.9194944).
19. Novak A., Lotton P., Simon L. Synchronized Swept-Sine: Theory, Application, and Implementation. *AES: Journal of the Audio Engineering Society*, 2015, vol. 63, no. 10, pp. 786–798. DOI: [10.17743/jaes.2015.0071](https://doi.org/10.17743/jaes.2015.0071).
20. Dhar S.S., Kundu D., Das U. Tests For the Parameters of Chirp Signal Model. *IEEE Transactions on Signal Processing*, 2019, vol. 67, no. 16, pp. 4291–4301. DOI: [10.1109/TSP.2019.2928996](https://doi.org/10.1109/TSP.2019.2928996).
21. Terentev D.A. Time-frequency analysis for identification of acoustic emission signals. *V mire nerazrushayushchego kontrolya*, 2013, vol. 60, no. 2, pp. 51–55.
22. Rastegaev I.A., Danyuk A.V., Merson D.L., Vinogradov A.Yu. Universal Educational and Research Facility for the Study of the Processes of Generation and Propagation of Acoustic Emission Waves. *Inorganic Materials*, 2017, vol. 53, no. 15, pp. 1548–1554. DOI: [10.1134/S0020168517150158](https://doi.org/10.1134/S0020168517150158).
23. Viktorov I.A. *Fizicheskie osnovy primeneniya ultrazvukovykh voln Releya i Lemba v tekhnike* [Physical bases of application of Rayleigh and Lamb ultrasonic waves in engineering]. Moscow, Nauka Publ., 1966. 168 p.

REFERENCES

1. Caesarendra W., Tjahjowidodo T. A Review of Feature Extraction Methods in Vibration-Based Condition Monitoring and Its Application for Degradation Trend Estimation of Low-Speed Slew Bearing. *Machines*, 2017, vol. 5, no. 4, article number 21. DOI: [10.3390/machines5040021](https://doi.org/10.3390/machines5040021).
2. Rastegaev I.A., Danyuk A.V., Vinogradov A.Yu., Merson D.L., Rastegaeva I.I. Analysis of noise-like signals of acoustic emission methods broadband filtering. *Kontrol. Diagnostika*, 2014, no. 8, pp. 49–55. DOI: [10.14489/td.2014.08.pp.049-056](https://doi.org/10.14489/td.2014.08.pp.049-056).
3. Shivani G., Vandna B. Signal Analysis for High Speed Acoustic Data Using Acoustic Emission Analysis Tool. *International Journal of Science and Research (IJSR)*, 2015, vol. 4, no. 12, pp. 541–544. DOI: [10.21275/v4i12.nov151837](https://doi.org/10.21275/v4i12.nov151837).
4. Vaezi Y., Van der Baan M. Comparison of the STA/LTA and power spectral density methods for microseismic event detection. *Geophysical Journal International*, 2015, vol. 203, no. 3, pp. 1896–1908. DOI: [10.1093/gji/ggv419](https://doi.org/10.1093/gji/ggv419).
5. Rastegaev I.A., Merson D.L., Rastegaeva I.I., Vinogradov A.Yu. A Time-Frequency based Approach for Acoustic Emission Assessment of Sliding Wear. *Lubricants*, 2020, vol. 8, no. 5, article number 52. DOI: [10.3390/lubricants8050052](https://doi.org/10.3390/lubricants8050052).
6. Cheshev M.E., Kulkov D.S. Cluster analysis of key features of acoustic emission signals in rock specimens. Part 1: Overview of clustering algorithms. *Vestnik Kyrgyzsko-rossiyskogo slavyanskogo universiteta*, 2019, vol. 19, no. 8, pp. 160–164.
7. Ivanov V.I., Barat V.A. *Akustiko-emissionnaya diagnostika* [Acoustic emission diagnostics]. Moscow, Spektr Publ., 2017. 368 p.
8. Ono K. Acoustic Emission. *Springer Handbook of Acoustics*. New York, Springer-Verlag Berlin Heidelberg Publ., 2014, pp. 1209–1229. DOI: [10.1007/978-1-4939-0755-7_30](https://doi.org/10.1007/978-1-4939-0755-7_30).
9. Firsov A.V., Posadov V.V. Diagnosis of defects of rolling element bearings at poster's argument-CI small-sized high-speed gas-turbine engine using a spectral analysis of vibration analysis. *Kontrol. Diagnostika*, 2013, no. 7, pp. 40–47.

24. Drobot Yu.B., Greshnikov V.A., Bachegov V.N. *Akusticheskoe kontaktное techeiskanie* [Acoustic contact leak detection]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 1989. 120 p.
25. Kharris F.Dzh. The use of windows in harmonic analysis by the discrete Fourier transform method. *Trudy instituta inzhenerov po elektrotekhnike i radioelektronike (TIER)*, 1978, vol. 6, no. 1, pp. 60–96.
26. Nuttall A.H. Some Windows with Very Good Sidelobe Behavior. *IEEE Transactions on Acoustics, Speech, and Signal Processing*, 1981, vol. 29, no. 1, pp. 84–91.
27. Koronovskiy A.A., Khramov A.E. *Nepreryvnyy veyvletnyy analiz i ego prilozheniya* [Continuous wavelet analysis and its applications]. Moscow, Fizmatlit Publ., 2003. 176 p.
28. Dobeshi I. Bursts and other methods of localization in phase space. *Mezhdunarodnyy kongress matematikov v Tsyurikhe*. Moscow, Mir Publ., 1999, pp. 84–108.

The comparison of the main time-frequency transformations of spectral analysis of acoustic emission signals

© 2022

Inna I. Rastegaeva¹, senior lecturer of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”

Igor A. Rastegaev^{*2}, PhD (Physics and Mathematics),

senior researcher of the Research Unit-2 of the Research Institute of Advanced Technologies

Einar A. Agletdinov³, PhD (Physics and Mathematics),

junior researcher of the Research Unit-2 of the Research Institute of Advanced Technologies

Dmitry L. Merson⁴, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,

Director of the Research Institute of Advanced Technologies

Togliatti State University, Togliatti (Russia)

*E-mail: RastIgAev@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7634-2328>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3807-8105>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6956-941X>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Received 28.12.2021

Accepted 11.03.2022

Abstract: Due to the intensive development of spectroscopic techniques for detecting acoustic emission signals, the problem of providing the best time-frequency resolution through the application of specific time-frequency transformation algorithms comes to the fore. The Short-Time Fourier Transform, the Wavelet Transform, the Smoothed Pseudo Wigner Distribution, the Choi-Williams Distribution, and the Hilbert-Huang Transform are currently the main time-frequency transformations used or integrated into the acoustic emission method. However, today in the literature, there is not enough information that allows evaluating time-frequency transformations regarding the effectiveness of their application to specify the features of discrete and continuous acoustic emission signals. On this basis, the authors carried out an experimental comparison of synthetic and actual model signals to determine the efficiency of specified time-frequency transformations. The synthetic model signals were a chirp signal, ideal sinusoids, and a Dirac delta function. The actual signals were a discrete acoustic emission signal from the Hsu Nelson source decomposed into dispersion modes in the acoustic channel and a continuous acoustic emission signal from the air outflow through a calibrated hole. The analysis shows that only the Fourier transform and the Wavelet transform can define all control features of model signals at the frequency components' energy gap of about 25 dB. Wigner Distribution, Choi-Williams Distribution, and Hilbert-Huang Transform demonstrated higher time-frequency resolution did not identify frequency components of low energy. Therefore, the authors recommend using them to identify spectral changes in the resonance and discrete signals but in the narrow energy range. The Fourier transform and the Wavelet transform demonstrated the best result to analyze continuous acoustic emission. However, to use the latter, the procedure of selection of the optimal basis function is necessary. The study determined that the Hilbert-Huang transform allows identifying the frequency fluctuations, but it is necessary to develop ways to increase sensitivity and extract basic information from the spectrograms to enhance the validity of its results.

Keywords: spectral analysis; Fourier transform; wavelet transform; Wigner Distribution; Choi-Williams Distribution; Hilbert-Huang Transform; acoustic emission.

For citation: Rastegaeva I.I., Rastegaev I.A., Agletdinov E.A., Merson D.L. The comparison of the main time-frequency transformations of spectral analysis of acoustic emission signals. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 49–60. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-49-60.

Особенности структурообразования переходной зоны в слоистом композиционном материале, полученном сваркой взрывом

© 2022

Розен Андрей Евгеньевич^{1,3}, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Сварочное, литейное производство и материаловедение»

Харина Ирина Лазаревна^{2,4}, кандидат технических наук,

главный научный сотрудник лаборатории коррозионных испытаний

Гуденко Андрей Сергеевич^{2,5}, кандидат технических наук,

заведующий отделом физико-химических методов исследования металлов

Прыщак Алексей Валерьевич^{1,6}, кандидат технических наук,

доцент кафедры «Сварочное, литейное производство и материаловедение»

Хорин Александр Владимирович^{*1,7}, кандидат технических наук,

доцент кафедры «Контроль и испытания материалов»

Батрашов Виктор Михайлович^{1,8}, кандидат технических наук,

доцент кафедры «Контроль и испытания материалов»

Гуськов Максим Сергеевич^{1,9}, кандидат технических наук,

доцент кафедры «Контроль и испытания материалов»

Розен Андрей Андреевич^{1,10}, аспирант

кафедры «Сварочное, литейное производство и материаловедение»

Козлов Дмитрий Вячеславович^{1,11}, аспирант

кафедры «Сварочное, литейное производство и материаловедение»

¹ Пензенский государственный университет, Пенза (Россия)

² АО «НПО «ЦНИИТМАШ», Москва (Россия)

*E-mail: alexkho154@yandex.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3362-9617>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1847-2917>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6459-9516>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1770-6678>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7164-7942>

⁸ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8475-2987>

⁹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4143-576X>

¹⁰ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3970-1707>

¹¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2501-7768>

Поступила в редакцию 08.07.2021

Принята к публикации 25.02.2022

Аннотация: Приведены исследования особенностей структурообразования в переходных зонах слоистого металлического материала из конструкционных углеродистых и легированных нержавеющей сталей с внутренним протектором. Определена последовательность расположения слоев. Промышленным способом производства такого материала была принята технология сварки взрывом, обеспечивающая получение 3-, 4- и 6-слойных материалов с одним и двумя внутренними протекторами за один подрыв. Выбор оптимальных параметров процесса осуществляли при помощи компьютерного моделирования с использованием программного продукта *LS-DYNA*. Расчетом определяли основные технологические параметры процесса, обеспечивающие в контактной зоне на каждой межслойной границе соотношение амплитуды образующихся волн к их длине в диапазоне от 0,3 до 0,5. Проведены механические испытания многослойных заготовок. Величина прочности сцепления слоев на срез составила от 320 до 410 МПа, временного сопротивления на разрыв основного слоя – от 520 до 710 МПа, ударной вязкости – от 290 до 740 кДж/м², угол загиба при статическом нагружении – 140 градусов и выше. Определен фазовый состав и характеристики кристаллографической структуры переходных зон слоистого металлического материала с внутренним протектором. Установлено наличие γ -Fe с гранецентрированной кристаллической решеткой, две кубические структуры, по одной гексагональной и орторомбической. На образцах с искусственным питтнгом установлено их влияние на скорость анодного растворения протекторного слоя при контакте с агрессивной средой. Показано, что наибольшей коррозионной стойкостью обладают межслойные границы с однородной структурой и минимальной толщиной.

Ключевые слова: слоистый металлический материал; внутренний протектор; сварка взрывом; межслойная граница; компьютерное моделирование.

Благодарности: Работа выполнена в рамках проекта № 0748-2020-0013 «Научные принципы формирования гетерогенных структур методами физико-химического диспергирования» (государственное задание вузу в сфере научной деятельности. Заказчик: Министерство науки и высшего образования РФ).

Авторы выражают благодарность сотрудникам специализированной лаборатории АО «НПО «ЦНИИТМАШ» (г. Москва), АО «Институт реакторных материалов» (г. Заречный, Свердловская область), ООО «Средневожский

сертификационно-диагностический центр "Дельта"» (г. Тольятти, Самарская область) и Центру коллективного пользования ООО «РОМЕТ» (г. Пенза) за помощь в проведении экспериментов.

Для цитирования: Розен А.Е., Харина И.Л., Гуденко А.С., Прыщак А.В., Хорин А.В., Батрашов В.М., Гуськов М.С., Розен А.А., Козлов Д.В. Особенности структурообразования переходной зоны в слоистом композиционном материале, полученном сваркой взрывом // *Frontier Materials and Technologies*. 2022. № 1. С. 61–72. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-61-72.

ВВЕДЕНИЕ

Актуальным в области атомной, химической и газонефтедобывающей промышленности является обеспечение высокой стойкости конструкционного материала к коррозионному поражению. Наиболее распространенными для их производства являются высоколегированные монометаллические нержавеющие и двухслойные (биметаллические) стали. Срок службы монометалла определяется безопасной глубиной его коррозионного поражения, при которой сохраняется прочность конструкции. В биметалле допускается сквозное поражение коррозионностойкого плакирующего слоя. Срок его применения регламентируется толщиной. Прочность конструкции в этом случае определяется толщиной основного слоя. Разработка новых коррозионностойких сталей и сплавов в основном идет по пути увеличения содержания легирующих элементов, в первую очередь никеля, хрома и молибдена, повышения степени очистки от примесей [1; 2]. Однако такой подход практически исчерпал себя, так как повышение электрохимического потенциала таких материалов неизбежно повышает интенсивность протекания питтинговой коррозии, которая способна к сквозной перфорации в исключительно малых объемах [3–5].

Интерес в этой связи представляют слоистые металлические материалы (СММ) с внутренним протектором (ВП)¹. Условием повышения их коррозионной стойкости являются металлические слои с различным электрохимическим потенциалом. Это приводит к трансформации коррозионного процесса, в результате которой он разбивается на отдельные стадии в условиях последовательно протекания питтингового и язвенного поражения [1; 2; 6]. Принцип коррозионной защиты, заложенный в архитектуру СММ с ВП, основан на известных и широко применяемых в материаловедении и электрохимии процессах [7–9]. Принципиально новым в данном материале является применение протекторного слоя, расположенного между внешним и защищающими слоями [10–12]. Появляется возможность задействовать несколько протекторных слоев. Скорость проникновения коррозионного поражения при этом многократно снижается. Данное техническое решение запатентовано в 11 странах мира². Предварительные исследова-

ния, проведенные в АО «НПО «ЦНИИТМАШ», свидетельствуют о возможности многократно повысить коррозионную стойкость СММ с ВП в сравнении с нержавеющими сталями аустенитного класса [11; 12].

Существует десять промышленных способов получения СММ с ВП, начиная от пакетной прокатки, электрошлаковой и дуговой наплавки, газодинамического напыления и заканчивая сваркой взрывом. Последний способ является наиболее эффективным, так как позволяет за один технологический прием формировать неограниченное число слоев с высокими механическими свойствами на всех межслойных границах в условиях узкой переходной зоны и наименьшей себестоимости процесса.

В работе была применена параллельная схема сварки взрывом скользящей ударной волной (рис. 1). Актуальным при сварке взрывом СММ с ВП является решение вопроса по соответствию условий идентичности формирования межслойных границ многослойного пакета. Это вызвано различием энергетических условий соударения пластин. Под действием продуктов детонации верхняя пластина 3, на которой расположено взрывчатое вещество 2, начинает разгоняться. Скорость, приобретаемая верхней пластиной в технологическом зазоре, увеличивается от нуля до нескольких сотен м/с. Первая пластина соударяется со второй и вовлекает ее в процесс движения. Масса металлических пластин увеличивается, а скорость снижается. При одинаковом зазоре условия формирования межслойных границ между первой и второй, а также второй и третьей пластинами будут различными. Особенно заметно подобное различие на первой и пятой межслойных границах при сварке взрывом, например, шестислойного материала. Различия в кинетической энергии и приобретенных импульсах на межслойных границах будут изменяться по мере вовлечения в движение новых пластин [13–15].

Для обеспечения равной прочности сцепления всех межслойных границ важно соблюсти идентичность пластического деформирования при прохождении ударной волны. Данное условие можно оценить характеристиками профиля межслойных границ: амплитуда (A) и длина волны (λ). Авторы работ [13; 16; 17] указывают на схожесть механических характеристик каждой из межслойных границ при условии, что соотношении A/λ находится в диапазоне от 0,3 до 0,5 и не содержит литых структур. Для этого необходимо стремиться к условию, чтобы все энергетические и кинематические характеристики были тождественны.

Выполнение указанного требования возможно лишь при соблюдении определенных технологических параметров сварки взрывом, а именно высоты заряда ($H_{вз}$),

¹ Родионова И.Г., Тишков В.Я., Дзарахохов К.З., Шекин В.В., Рябинкова В.К., Голованов А.В., Сорокин В.П., Анциферова И.В., Фельдгандлер Э.Г. Способ получения трехслойных листов и полос: патент РФ № RU 2063852, заявка № 93016441/08 от 31.03.1993, опубликован 20.07.1996. 4 с.

² Лось И.С., Первухин Л.Б., Перельгин Ю.П., Гордополов Ю.А., Первухина О.Л., Кирий Г.В., Абрамов П.И., Усатый С.Г., Крюков Д.Б., Денисов И.В., Розен А.А., Розен А.Е. Многослойный материал повышенной коррозионной стойкости (варианты) и способы его получения: Евразийский патент № 016878 ЕАПВб выдан 30.06.2012; приоритет от 26.09.2008.

Title of the invention: multilayer material with enhanced corrosion resistance (variants) and methods for preparing same patent: patent of South Korea № 10-1300674 from 21.08.2013, reg. date: 2013-08-21, filing date: 2011-04-11.

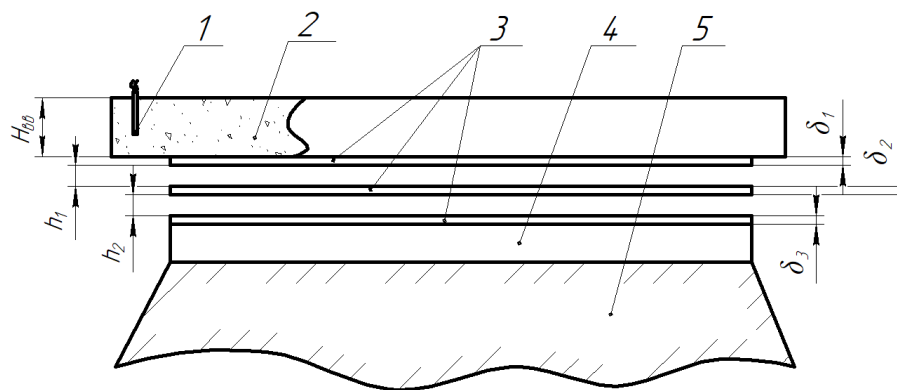


Рис. 1. Схема сварки взрывом трехслойного металлического композиционного материала с внутренним протектором:

H_{BB} – толщина заряда взрывчатого вещества; h_1, h_2 – технологические зазоры;

$\delta_1, \delta_2, \delta_3$ – толщины пластин, используемых в архитектуре;

1 – электродетонатор; 2 – заряд взрывчатого вещества; 3 – соединяемые пластины;

4 – неподвижная пластина основания; 5 – грунт

Fig. 1. The scheme of explosion welding of a three-layer metal composite material with inner protector:
 H_{BB} – the explosive charge thickness; h_1, h_2 – technological gaps; $\delta_1, \delta_2, \delta_3$ – the thickness of plates used in architecture;
 1 – electric detonator; 2 – an explosive charge; 3 – joinable plates; 4 – base fixed plates; 5 – ground

скорости детонации (D_{BB}) взрывчатого вещества, величины технологического зазора (h). Для выбора указанных значений использовали математический аппарат [17–19] с привлечением программного продукта *LS-DYNA*. Он предназначен для решения двух- и трехмерных динамических нелинейных задач механики деформируемого твердого тела, тепло- и массопереноса, механики жидкости и газа. Программно реализовано более сорока моделей материалов и пять уравнений их состояния.

Цель исследования – изучение особенностей структурообразования на межслойных границах слоистых металлических материалов с внутренним протектором и улучшения их механических и эксплуатационных свойств в условиях оптимизации процесса сварки взрывом за счет использования компьютерного моделирования.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В созданном взрывом СММ с ВП была применена слоистая конфигурация металла, состоящая из нержавеющей стали аустенитного класса 12X18H10T с высоким электрохимическим потенциалом (+0,4 В) и низкоуглеродистой стали ферритно-перлитного класса Ст3сп с низким электрохимическим потенциалом (–0,4 В). Для 4- и 6-слойных конфигураций в качестве основного конструкционного слоя использовали сталь 09Г2С.

СММ с ВП получали методом сварки взрывом в условиях открытого полигона. Выбор кинематических и технологических параметров процесса осуществляли по результатам компьютерного моделирования волновой поверхности межслойных границ из условия, что соотношение амплитуды к длине волны будет находиться при указанном выше соотношении. Расчет осуществляли с применением программного пакета *LS-DYNA*. Особен-

ностями решения задачи являлось использование многокомпонентного лагранжево-эйлерового метода, лагранжевое описание движения метаемой пластины и применение лагранжево-эйлерового связывания.

Моделирование процесса волнообразования на контактных поверхностях при сварке взрывом было проведено при помощи многокомпонентного эйлерового подхода. Каждый элемент эйлеровой сетки содержит определенную часть представленного в рассматриваемой системе материала. Характеристики расчетной модели для 3-, 4- и 6-слойной композиций представлены в таблице 1.

Результатом компьютерного моделирования стала графическая картина волновой поверхности межслойных границ с расчетными значениями амплитуды и длины волн. Методом итерации осуществляли выбор оптимальных параметров ударно-волнового нагружения.

Исследование микроструктуры образцов, полученных сваркой взрывом, проводили на металлографическом микроскопе *NIKON EPIPHOT 200*. Параметры ударно-волнового воздействия оценивали с помощью программы анализа изображения *VESTRA Imaging System*.

Были изготовлены 3-, 4- и 6-слойные листовые заготовки габаритными размерами 2500×1250 мм и общей площадью более 200 м² (рис. 2).

После изготовления СММ с ВП осуществляли термическую обработку образцов при температуре 860 °С, их правку и ультразвуковой контроль сплошности всех межслойных границ в объеме 100 %.

Коррозионную стойкость СММ с ВП оценивали относительным показателем коррозионной стойкости (ОПКС), который рассчитывают по формуле

$$\text{ОПКС}_n = \frac{t_{\text{СМ}}}{t_{\text{Моно}}},$$

где n – число слоев в СММ с ВП;
 $t_{см}$ – суммарное время сквозного коррозионного разрушения слоев СММ с ВП, ч;
 $t_{моно}$ – среднее время сквозного проникновения единичным питтингом монометаллического материала равной толщины, ч.

Оценку механических свойств осуществляли по величинам ударной вязкости согласно ГОСТ 9454-78 [14], пределу прочности на растяжение согласно ГОСТ 1497-

84 [15], углу загиба при статическом нагружении плакирующими слоями внутрь и/или наружу согласно ГОСТ 14019-2003.

Фазовый анализ образцов на межслойных границах проводили методом рентгеновской дифракции с применением установки ДРОН-7 на специально подготовленных шлифах, имеющих малый угол в поперечной плоскости (так называемый «косой срез»). Съемку образцов осуществляли в медном K_{α} -излучении. Данные обрабатывали

Таблица 1. Экспериментальные и теоретические характеристики для оценки расчетных моделей
Table 1. Experimental and theoretical characteristics to estimate simulation models

Параметр моделирования	Характеристика
Взрывчатое вещество	
Состав	Микропористая селитра со специальными добавками
Диапазон толщина, мм	От 40,0 до 80,0 с шагом 5,0
Модель	Уилкинса – Гейроуха
Уравнение состояния	Джонса – Уилкинса – Ли
Металлические пластины для 3-слойного материала с одним внутренним протектором	
Первая (толщина, мм)	Нержавеющая сталь аустенитного класса (2,0)
Вторая (толщина, мм)	Низкоуглеродистая сталь феррито-перлитного класса (2,0)
Третья (толщина, мм)	Нержавеющая сталь аустенитного класса (2,0)
Модель	Джонсона – Кука
Уравнение состояния	Ми – Грюнайзена
Металлические пластины для 4-слойного материала с одним внутренним протектором	
Первая (толщина, мм)	Нержавеющая сталь аустенитного класса (2,0)
Вторая (толщина, мм)	Низкоуглеродистая сталь феррито-перлитного класса (2,0)
Третья (толщина, мм)	Нержавеющая сталь аустенитного класса (2,0)
Четвертая (толщина, мм)	Низкоуглеродистая низколегированная сталь феррито-перлитного класса (10,0)
Модель	Джонсона – Кука
Уравнение состояния	Ми – Грюнайзена
Металлические пластины для 6-слойного материала с двумя внутренними протекторами	
Первая (толщина, мм)	Нержавеющая сталь аустенитного класса (2,0)
Вторая (толщина, мм)	Низкоуглеродистая сталь феррито-перлитного класса (2,0)
Третья (толщина, мм)	Нержавеющая сталь аустенитного класса (2,0)
Четвертая (толщина, мм)	Низкоуглеродистая сталь феррито-перлитного класса (2,0)
Пятая (толщина, мм)	Нержавеющая сталь аустенитного класса (2,0)
Шестая (толщина, мм)	Низкоуглеродистая низколегированная сталь феррито-перлитного класса (10,0)
Модель	Джонсона – Кука
Уравнение состояния	Ми – Грюнайзена

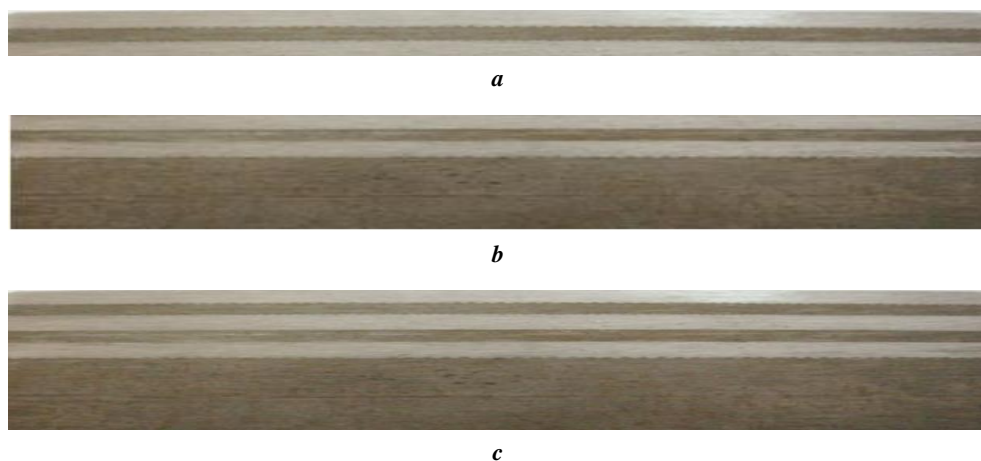


Рис. 2. Фотографии поперечной структуры пластин 3-слойного (а), 4-слойного (б) и 6-слойного (с) металлического материала с одним и двумя внутренними протекторами, полученные по технологии сварки взрывом
Fig. 2. Photographs of a transverse structure of planes of a three-layer (a), four-layer (b), and six-layer (c) metal material with one and two inner protectors produced by the explosion welding technology

с помощью программного комплекса *Retrieve and Search-Match*, который содержит встроенный пакет математической кристаллографии и в автоматическом режиме осуществляет полный анализ фазового состава и характеристик кристаллографической структуры.

Для изучения особенности коррозионного поражения внутреннего протектора в образцах СММ с ВП использовали методику ускоренных испытаний с искусственным питтингом [10]. Образцы выдерживали 72 ч в 10-процентном растворе хлорида железа (III) (плотность $1,049 \pm 0,002$ г/см³). Анодное растворение протектора оценивали гравиметрическим методом по потере массы и микроструктурным анализом поперечного сечения по месту искусственного питтинга после коррозионных испытаний [20].

Результаты механических, технологических и эксплуатационных испытаний 3-, 4- и 6-слойного СММ с ВП представлены в таблице 2. Результаты

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Расчетные значения основных технологических параметров были использованы для получения сваркой взрывом пластин из СММ с ВП. Проведены комплексные исследования микроструктуры и фазового состава межслойных границ, механические и коррозионные испытания. Результаты механических, технологических и эксплуатационных испытаний 3-, 4- и 6-слойного СММ с ВП представлены в таблице 2. Результаты

Таблица 2. Механические, технологические и эксплуатационные свойства
Table 2. Mechanical, technological, and performance characteristics

Техническая характеристика	Архитектура слоистого металлического материала		
	3-слойная с одним ВП	4-слойная с одним ВП	6-слойная с двумя ВП
Относительный показатель коррозионной стойкости (ОПКС)*	6	9	25
Прочность сцепления слоев на каждой межслойной границе, $\sigma_{ср}$, Н/мм ²	от 320 до 410 (требование ГОСТ 10885 – не менее 140)		
Временное сопротивление на разрыв основного слоя, σ_b , Н/мм ²	от 640 до 710 (не менее 530)	от 520 до 590 (не менее 470)	
Ударная вязкость основного слоя, КСУ, кДж/м ²	от 290 до 310 (не менее 250)	от 690 до 740 (не менее 640)	
Угол загиба, $\alpha_{град}$, не менее	147		
	Рис. 4 а	Рис. 4 б	Рис. 4 с, 4 д

Примечание: *В качестве эталонного (ОПКС=1) принят образец из высоколегированной нержавеющей стали аустенитного класса марки 12Х18Н10Т; в скобках указаны значения по ГОСТ 10885, ТУ 27.32.09.010-2005 и ТУ 24.33.30-001-09494191-2021.

Note: *A sample of 12H18N10T high-alloy stainless steel is accepted as a standard sample (RCRI=1, relative corrosion resistance index); in brackets, the values according to GOST 10885, TS 27.32.09.010-2005, and TS 24.33.30-001-09494191-2021 are indicated.

фазового состава и характеристик кристаллографической структуры основных составляющих переходных зон приведены в таблицах 3 и 4.

Результаты компьютерного моделирования технологических параметров сварки взрывом при обеспечении заданного диапазона амплитуды и длины волны на межслойных границах на примере 3-слойного СММ с одним ВП показаны на рис. 3. Расчетные значения сравнивали с результатами структурных исследований. На рис. 4 представлены результаты испытаний на статический изгиб 3-, 4- и 6-слойного СММ с ВП. Процесс растворения внутреннего протектора по межслойным границам показан на рис. 5. Результаты исследования микроструктуры межслойных границ в 3-слойном СММ с ВП приведены на рис. 6.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

С помощью регулировки установочного зазора между пластинами на каждой из межслойных границ, полученных расчетным путем при применении компьютерного моделирования, удалось обеспечить условие, при котором на всех межслойных границах отношение A/λ находилось в диапазоне от 0,3 до 0,5. Отклонение экспериментальных и расчетных значений не превышает 24 %.

Оптимизация технологических режимов сварки взрывом обеспечила условие равнопрочности на каждой межслойной границе (рис. 3) и, соответственно, высокие механические свойства материала. Это подтверждается данными таблицы 2 и рис. 4. В частности, прочность сцепления слоев составила от 320 до 410 МПа, временное сопротивление на разрыв основного слоя – от 520 до 710 МПа, ударная вязкость основного слоя – от 290 до 740 кДж/м², угол загиба при статическом нагружении – не менее 147.

Ускоренные коррозионные испытания подтвердили высокую эффективность слоистых металлических материалов с внутренним протектором. Величина относительного показателя коррозионной стойкости в сравнении с высоколегированными нержавеющими сталями аустенитного класса для 3-слойных материалов с одним внутренним протектором повышается в 4-, 6-слойных с одним внутренним протектором – в 9 раз и 6-слойных с двумя внутренними протекторами – в 25 раз.

Микроструктурными исследованиями первой и второй межслойных границ в 3-слойном СММ с ВП (рис. 6 а) установлено, что на первой межслойной границе ширина переходной зоны составляет от 11,0 до 12,5 мкм, и, как указывает рентгенофазовый анализ, она содержит γ -железо с гранцентрированной кристаллической решеткой, две кубические структуры, одну гексагональную, одну орторомбическую.

Таблица 3. Фазовый состав и характеристика кристаллографической структуры нержавеющей аустенитной стали на первой межслойной границе

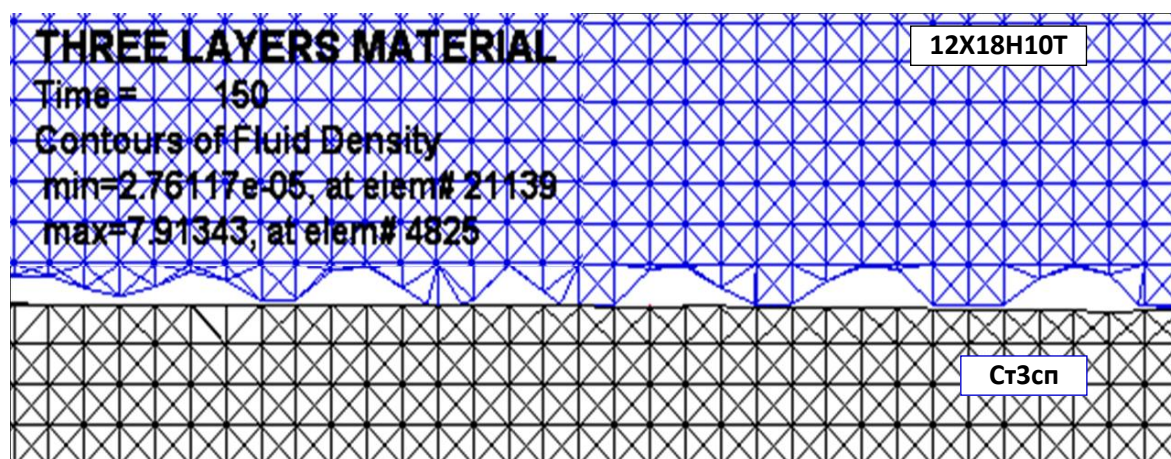
Table 3. Phase composition and characteristics of a crystallographic structure of stainless austenitic steel at the first interlayer boundary

Фазовый состав	Структурный тип	Периоды, нм		
		<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>
γ -Fe (ГЦК)	<i>Fm3m</i> (225), кубическая	0,3645	–	–
(Cr, Ni)	<i>Fm3m</i> (225), кубическая	0,3591	–	–
Cr ₇ C ₃	<i>P6₃mc</i> (186), гексагональная	0,1401	–	0,4532
Cr ₂₃ C ₆	<i>Fm3m</i> (225), кубическая	1,06599	–	0,29806
Cr ₃ C ₂	<i>Stct</i> (63), орторомбическая	0,285	0,925	0,696

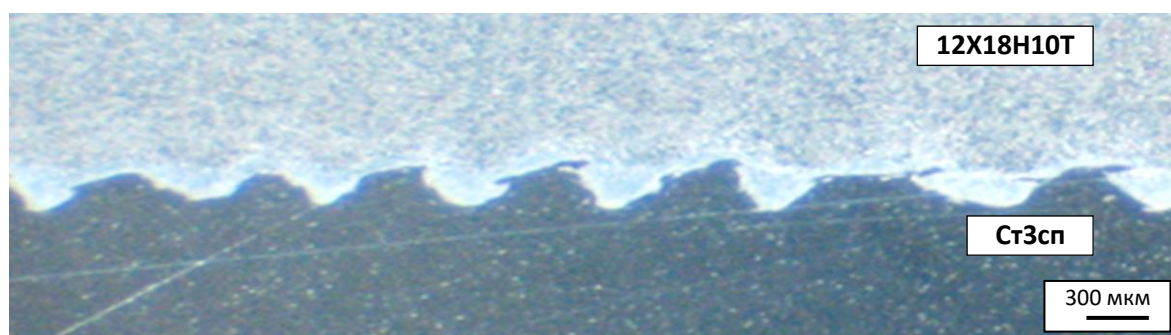
Таблица 4. Фазовый состав и характеристика кристаллографической структуры низкоуглеродистой феррито-перлитной стали на второй межслойной границе

Table 4. Phase composition and characteristics of a crystallographic structure of low-carbon ferritic-pearlitic steel at the second interlayer boundary

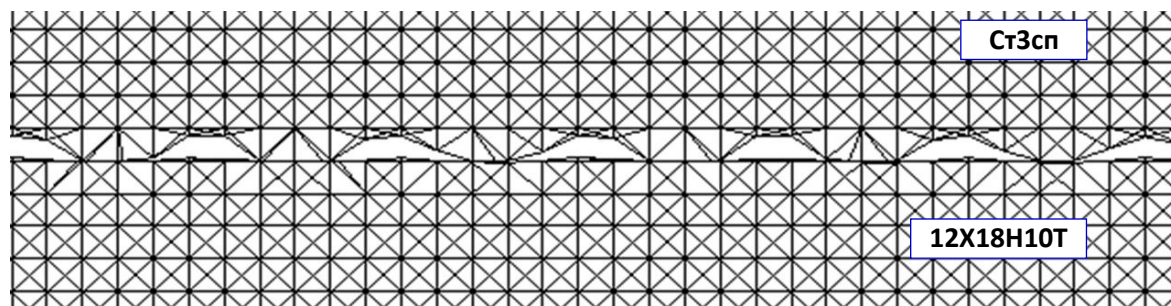
Фазовый состав	Структурный тип	Периоды, нм		
		<i>a</i>	<i>b</i>	<i>c</i>
α -Fe (ОЦК)	<i>Im3m</i> (229), кубическая	0,28606	–	–
Fe ₃ C	<i>Pbnm</i> (62), орторомбическая	0,45144	0,50787	0,67297
(Cr _{0,2} Fe _{0,8})	<i>Im3m</i> (229), кубическая	0,28664	–	–



a



b



c



d

Рис. 3. Результаты компьютерного моделирования (a, c) и фотография макроструктуры (b, d) первой (a, b) и второй (c, d) межслойных границ 3-слойного металлического материала с одним внутренним протектором при сварке взрывом
Fig. 3. The results of computer simulation (a, c) and a photograph of a microstructure (b, d) of the first (a, b) and the second (c, d) interlayer boundaries of a three-layer metal material with one inner protector at explosion welding

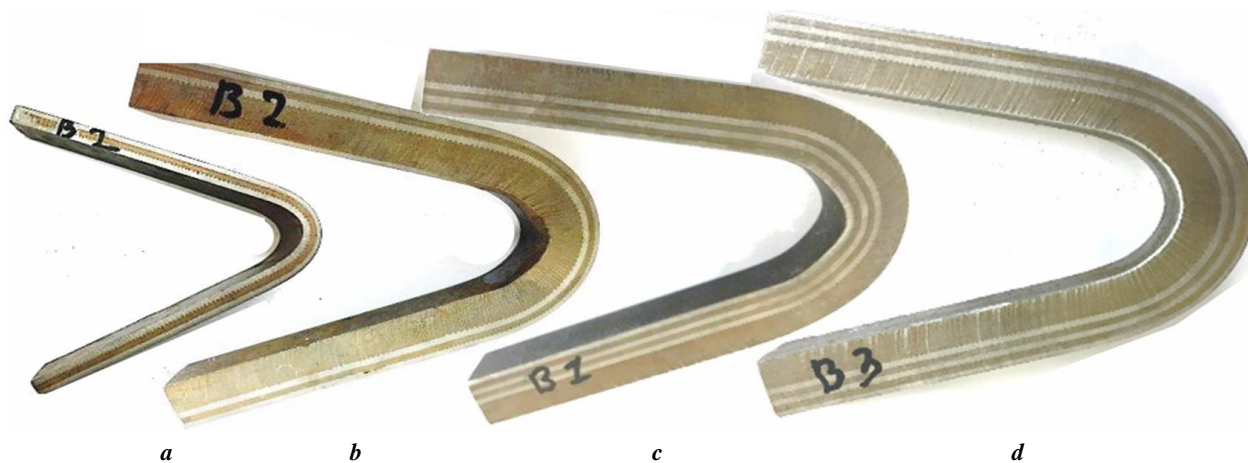


Рис. 4. Образцы 3- (а), 4- (b) и 6-слойных (с, d) металлических материалов с одним (а, b) и двумя (с, d) внутренними протекторами при статическом изгибе

Fig. 4. Specimens of three- (a), four- (b), and six-layer (c, d) metal materials with one (a, b) and two (c, d) inner protectors at static bending

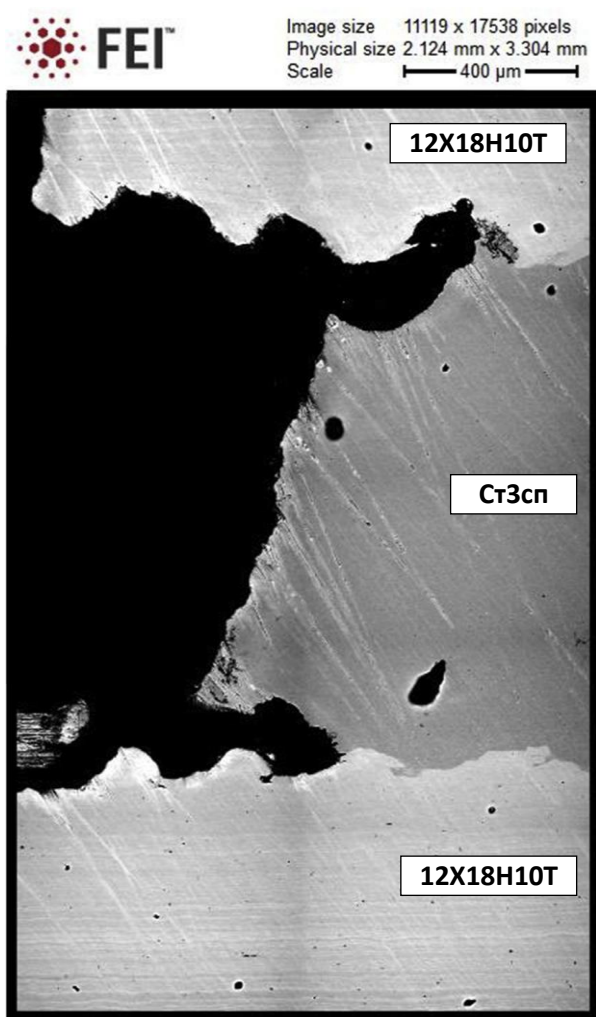


Рис. 5. Картированный участок 3-слойного металлического материала с искусственным питтингом

Fig. 5. Mapping area of a three-layer metallic material with artificial pitting

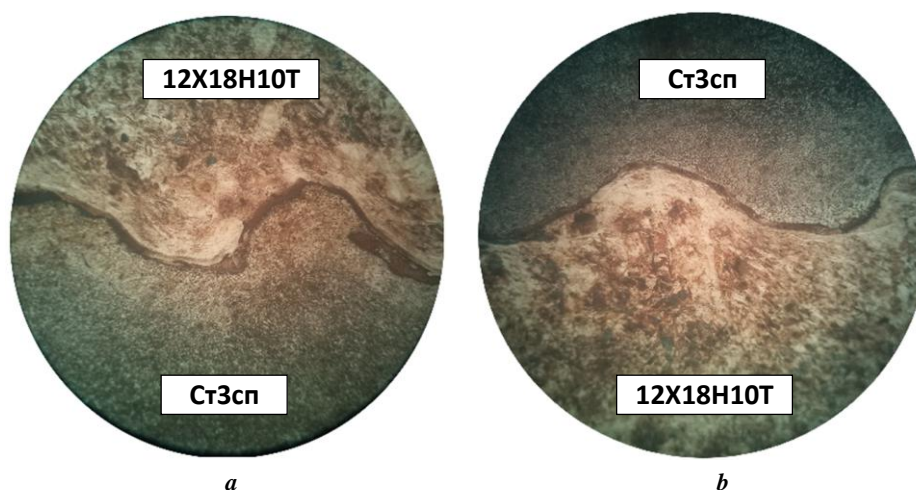


Рис. 6. Микроструктура межслойных границ в 3-слойном металлическом материале с внутренним протектором: *a* – первой межслойной границы; *b* – второй межслойной границы
Fig. 6. A microstructure of the interlayer boundaries in a three-layer metallic material with inner protector: *a* – of the first interlayer boundary; *b* – of the second interlayer boundary

Вторая межслойная граница (рис. 6 б) имеет толщину от 5,0 до 7,5 мкм и содержит два типа структуры: орторомбическую и кубическую.

Картирование участка коррозионного поражения 3-слойного образца с искусственным питтингом (рис. 5) указывает, что скорость растворения межслойных границ превышает скорость анодного растворения протекторного слоя. Процесс анодного растворения происходит особенно активно в зонах с наибольшим количеством растворенных фаз.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Выбор оптимальных параметров процесса осуществлен использованием компьютерного моделирования с применением программного продукта *LS-DYNA*. При оптимизации добивались условия, чтобы в контактной зоне на каждой межслойной границе соотношение амплитуды образующихся волн к их длине находилось в диапазоне от 0,3 до 0,5.

Оптимизация технологических режимов сварки обеспечила высокие механические свойства слоистых металлических материалов с внутренним протектором: величина прочности сцепления слоев на срез составила от 320 до 410 МПа, временного сопротивления на разрыв основного слоя – от 520 до 710 МПа, ударной вязкости – от 290 до 740 кДж/м², угол загиба при статическом нагружении – не ниже 147°.

Проведены фазовые исследования переходных зон межслойных границ исследуемого материала. Полученные данные свидетельствуют о возможности регулировать их толщину и фазовый состав, а следовательно, и коррозионное поведение при контакте с агрессивными средами. Установлено, что наибольшей устойчивостью против коррозии обладают межслойные границы минимальной толщины и максимально однородной структуры.

Показана эффективность замены высоколегированных нержавеющей сталей аустенитного класса на

слоистые металлические материалы с внутренним протектором.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Akpanyung K.V., Loto R.T. Pitting corrosion evaluation: a review // *Journal of Physics: Conference Series*. 2019. Vol. 1378. № 2. Article number 022088. DOI: [10.1088/1742-6596/1378/2/022088](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1378/2/022088).
2. Jafarzadeh S., Chen Z., Bobaru F. Computational modeling of pitting corrosion // *Corrosion reviews*. 2019. Vol. 37. № 5. P. 419–439. DOI: [10.1515/correv-2019-0049](https://doi.org/10.1515/correv-2019-0049).
3. Xiang Y., Li C., Hesitao W., Long Z., Yan W. Understanding the pitting corrosion mechanism of pipeline steel in an impure supercritical CO₂ environment // *The Journal of Supercritical Fluids*. 2018. Vol. 138. P. 132–142. DOI: [10.1016/j.supflu.2018.04.009](https://doi.org/10.1016/j.supflu.2018.04.009).
4. Frankel G.S., Li T., Scully J.R. Localized corrosion: Passive film breakdown vs pit growth stability // *Journal of the electrochemical society*. 2017. Vol. 164. № 4. P. C180–C181. DOI: [10.1149/2.1381704.jes](https://doi.org/10.1149/2.1381704.jes).
5. Chi G., Yi D., Liu H. Effect of roughness on electrochemical and pitting corrosion of Ti-6Al-4V alloy in 12 wt.% HCl solution at 35 °C // *Journal of Materials Research and Technology*. 2020. Vol. 9. № 2. P. 1162–1174. DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.11.044](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.11.044).
6. Obeyesekere N. Pitting corrosion // *Trends in Oil and Gas Corrosion Research and Technologies*. 2017. P. 215–248. DOI: [10.1016/B978-0-08-101105-8.00009-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101105-8.00009-7).
7. Ha H.-Y., Lee T.-H., Lee C.-G., Yoon H. Understanding the relation between pitting corrosion resistance and phase fraction of S32101 duplex stainless steel // *Corrosion Science*. 2019. Vol. 149. P. 226–235. DOI: [10.1016/j.corsci.2019.01.001](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.01.001).
8. Wei L., Liu Y., Li Q., Cheng Y.F. Effect of roughness on general corrosion and pitting of (FeCoCrNi)_{0.89}(WC)_{0.11} high-entropy alloy composite in 3.5 wt.% NaCl solution // *Corrosion Science*. 2019. Vol. 146. P. 44–57. DOI: [10.1016/j.corsci.2018.10.025](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.10.025).

9. Mohammed S., Hua Y., Barker R., Neville A. Investigating pitting in X65 carbon steel using potentiostatic polarization // *Applied Surface Science*. 2017. Vol. 423. P. 25–32. DOI: [10.1016/j.apsusc.2017.06.015](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.06.015).
10. Grachev V.A., Rozen A.E., Perelygin Y.P., Kireev S.Y., Los I.S., Rozen A.A. Measuring corrosion rate and protector effectiveness of advanced multilayer metallic materials by newly developed methods // *Heliyon*. 2018. Vol. 4. № 8. Article number e00731. DOI: [10.1016/j.heliyon.2018.e00731](https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2018.e00731).
11. Розен А.Е., Киреев С.Ю., Дуб А.В., Сафонов И.А., Макарова Е.А., Розен А.А., Исаков Е.Г., Корольков А.О. Особенности дуговой сварки слоистого коррозионностойкого материала // *Frontier Materials & Technologies*. 2021. № 4. С. 57–68. DOI: [10.18323/2782-4039-2021-4-57-68](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2021-4-57-68).
12. Grachev V.A., Rozen A.E., Perelygin Yu.P., Kireev S.Yu., Los' I.S., Rozen A.A. Accelerated Corrosion Tests of a New Class of Multilayer Metallic Materials with an Internal Protector // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2019. № 3. P. 247–256. DOI: [10.1134/S0036029519030030](https://doi.org/10.1134/S0036029519030030).
13. Розен А.Е., Корнеев А.Е., Хорин А.В., Прыщак А.В., Гуденко А.С., Розен А.А., Козлов Д.В. Структурообразование межслойных границ слоистого металлического материала при сварке взрывом // *Известия Волгоградского государственного технического университета*. 2020. № 11. С. 41–45. DOI: [10.35211/1990-5297-2020-11-246-41-45](https://doi.org/10.35211/1990-5297-2020-11-246-41-45).
14. Saikov I.V., Malakhov A.Y., Saikova G.R., Denisov I.V., Gulyaev P.Y. Influence of Explosive Welding Parameters on the Structure of Interface in Brass–Invar Thermobimetal // *Inorganic Materials: Applied Research*. 2020. Vol. 11. № 2. P. 448–452. DOI: [10.1134/S2075113320020331](https://doi.org/10.1134/S2075113320020331).
15. Malakhov A.Y., Saikov I.V., Denisov I.V. Brass–Invar Bimetal Interface in the Joint Formed by Explosive Welding // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2021. Vol. 2021. № 10. P. 1289–1293. DOI: [10.1134/S0036029521100219](https://doi.org/10.1134/S0036029521100219).
16. Батаев И.А., Лазуренко Д.В., Малютин Ю.Н., Никулина А.А., Батаев А.А., Матц О.Э., Кучумова И.Д. Сверхвысокие скорости охлаждения на границе свариваемых взрывом материалов и их влияние на формирование структуры зон перемешивания // *Физика горения и взрыва*. 2018. Т. 54. № 2. С. 122–130. DOI: [10.15372/FGV20180213](https://doi.org/10.15372/FGV20180213).
17. Батаев И.А. Формирование структуры сваренных взрывом материалов: экспериментальные исследования и численное моделирование // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2017. № 4. С. 55–67. DOI: [10.17212/1994-6309-2017-4-55-67](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2017-4-55-67).
18. Мухутдинов А.Р., Гарифуллин Р.Ш., Ефимов М.Г., Вахидова З.Р. Моделирование процесса сварки взрывом с использованием Ansys autodyn // *Взрывное дело*. 2019. № 125-82. С. 65–73.
19. Маринин М.А., Хохлов С.В., Ишейский В.А. Моделирование режима протекания процесса сварки плоских листовых деталей взрывом // *Записки Горного института*. 2019. Т. 237. С. 275–280. DOI: [10.31897/pmi.2019.3.275](https://doi.org/10.31897/pmi.2019.3.275).
20. Лось И.С. Оценка коррозионной стойкости многослойных металлических материалов // *Вопросы материаловедения*. 2016. № 3. С. 138–144.

REFERENCES

1. Akpanyung K.V., Loto R.T. Pitting corrosion evaluation: a review. *Journal of Physics: Conference Series*, 2019, vol. 1378, no. 2, article number 022088. DOI: [10.1088/1742-6596/1378/2/022088](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1378/2/022088).
2. Jafarzadeh S., Chen Z., Bobaru F. Computational modeling of pitting corrosion. *Corrosion reviews*, 2019, vol. 37, no. 5, pp. 419–439. DOI: [10.1515/corrrev-2019-0049](https://doi.org/10.1515/corrrev-2019-0049).
3. Xiang Y., Li C., Hesitao W., Long Z., Yan W. Understanding the pitting corrosion mechanism of pipeline steel in an impure supercritical CO₂ environment. *The Journal of Supercritical Fluids*, 2018, vol. 138, pp. 132–142. DOI: [10.1016/j.supflu.2018.04.009](https://doi.org/10.1016/j.supflu.2018.04.009).
4. Frankel G.S., Li T., Scully J.R. Localized corrosion: Passive film breakdown vs pit growth stability. *Journal of the electrochemical society*, 2017, vol. 164, no. 4, pp. C180–C181. DOI: [10.1149/2.1381704.jes](https://doi.org/10.1149/2.1381704.jes).
5. Chi G., Yi D., Liu H. Effect of roughness on electrochemical and pitting corrosion of Ti-6Al-4V alloy in 12 wt.% HCl solution at 35 °C. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, vol. 9, no. 2, pp. 1162–1174. DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.11.044](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.11.044).
6. Obeyesekere N. Pitting corrosion. *Trends in Oil and Gas Corrosion Research and Technologies*, 2017, pp. 215–248. DOI: [10.1016/B978-0-08-101105-8.00009-7](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-101105-8.00009-7).
7. Ha H.-Y., Lee T.-H., Lee C.-G., Yoon H. Understanding the relation between pitting corrosion resistance and phase fraction of S32101 duplex stainless steel. *Corrosion Science*, 2019, vol. 149, pp. 226–235. DOI: [10.1016/j.corsci.2019.01.001](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.01.001).
8. Wei L., Liu Y., Li Q., Cheng Y.F. Effect of roughness on general corrosion and pitting of (FeCoCrNi)_{0.89}(WC)_{0.11} high-entropy alloy composite in 3.5 wt.% NaCl solution. *Corrosion Science*, 2019, vol. 146, pp. 44–57. DOI: [10.1016/j.corsci.2018.10.025](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.10.025).
9. Mohammed S., Hua Y., Barker R., Neville A. Investigating pitting in X65 carbon steel using potentiostatic polarization. *Applied Surface Science*, 2017, vol. 423, pp. 25–32. DOI: [10.1016/j.apsusc.2017.06.015](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.06.015).
10. Grachev V.A., Rozen A.E., Perelygin Y.P., Kireev S.Y., Los I.S., Rozen A.A. Measuring corrosion rate and protector effectiveness of advanced multilayer metallic materials by newly developed methods. *Heliyon*, 2018, vol. 4, no. 8, article number e00731. DOI: [10.1016/j.heliyon.2018.e00731](https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2018.e00731).
11. Rozen A.E., Kireev S.Yu., Dub A.V., Safonov I.A., Makarova E.A., Rozen A.A., Isakov E.G., Korolkov A.O. Special aspects of arc welding of a laminated corrosion-resistant material. *Frontier Materials & Technologies*, 2021, no. 4, pp. 57–68. DOI: [10.18323/2782-4039-2021-4-57-68](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2021-4-57-68).
12. Grachev V.A., Rozen A.E., Perelygin Yu.P., Kireev S.Yu., Los' I.S., Rozen A.A. Accelerated Corrosion Tests of a New Class of Multilayer Metallic Materials with an Internal Protector. *Russian Metallurgy*

- (*Metally*), 2019, no. 3, pp. 247–256. DOI: [10.1134/S0036029519030030](https://doi.org/10.1134/S0036029519030030).
13. Rozen A.E., Korneev A.E., Khorin A.V., Pryshchak A.V., Gudenko A.S., Rozen A.A., Kozlov D.V. Structural formation of interlayer boundaries layered metal material in explosion welding. *Izvestiya Volgogradskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2020, no. 11, pp. 41–45. DOI: [10.35211/1990-5297-2020-11-246-41-45](https://doi.org/10.35211/1990-5297-2020-11-246-41-45).
 14. Saikov I.V., Malakhov A.Y., Saikova G.R., Denisov I.V., Gulyaev P.Y. Influence of Explosive Welding Parameters on the Structure of Interface in Brass–Invar Thermobimetal. *Inorganic Materials: Applied Research*, 2020, vol. 11, no. 2, pp. 448–452. DOI: [10.1134/S2075113320020331](https://doi.org/10.1134/S2075113320020331).
 15. Malakhov A.Y., Saikov I.V., Denisov I.V. Brass–Invar Bimetal Interface in the Joint Formed by Explosive Welding. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2021, vol. 2021, no. 10, pp. 1289–1293. DOI: [10.1134/S0036029521100219](https://doi.org/10.1134/S0036029521100219).
 16. Bataev I.A., Lazurenko D.V., Malyutina Y.N., Nikulina A.A., Bataev A.A., Mats O.E., Kuchumova I.D. Ultra-high cooling rates at the interface of explosively welded materials and their effect on the formation of the structure of mixing zones. *Combustion, Explosion, and Shock Waves*, 2018, vol. 54, no. 2, pp. 238–245. DOI: [10.15372/FGV20180213](https://doi.org/10.15372/FGV20180213).
 17. Bataev I.A. Structure of explosively welded materials: experimental study and numerical simulation. *Obrabotka metallov (tehnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2017, no. 4, pp. 55–67. DOI: [10.17212/1994-6309-2017-4-55-67](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2017-4-55-67).
 18. Mukhutdinov A.R., Garifullin R.Sh., Efimov M.G., Vakhidova Z.R. Explosion welding simulation using Ansys autodyne. *Vzryvnoe delo*, 2019, no. 125-82, pp. 65–73.
 19. Marinin M.A., Khokhlov S.V., Isheyskiy V.A. Modeling of the welding process of flat sheet parts by an explosion. *Zapiski Gornogo instituta*, 2019, vol. 237, pp. 275–280. DOI: [10.31897/pmi.2019.3.275](https://doi.org/10.31897/pmi.2019.3.275).
 20. Los I.S. Corrosion-resistance evaluation of multi-layered metal materials. *Voprosy materialovedeniya*, 2016, no. 3, pp. 138–144.

Special aspects of structure formation of a transition zone in a layer composite produced by explosion welding

© 2022

Andrey E. Rozen^{1,3}, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
Head of Chair “Welding, Foundry Engineering, and Materials Science”
Irina L. Kharina^{2,4}, PhD (Engineering), chief researcher of the Laboratory of Corrosion Tests
Andrey S. Gudenko^{2,5}, PhD (Engineering),
Head of Department of Physical and Chemical Methods of Metal Research
Aleksey V. Pryshchak^{1,6}, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Welding, Foundry Engineering, and Materials Science”
Aleksandr V. Khorin^{*1,7}, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Control and Material Tests”
Viktor M. Batrashov^{1,8}, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Control and Material Tests”
Maksim S. Guskov^{1,9}, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Control and Material Tests”
Andrey A. Rozen^{1,10}, postgraduate student of Chair “Welding, Foundry Engineering, and Materials Science”
Dmitry V. Kozlov^{1,11}, postgraduate student of Chair “Welding, Foundry Engineering, and Materials Science”

¹*Penza State University, Penza (Russia)*

²*JSC “RPA “CNITMASH”, Moscow (Russia)*

*E-mail: alexkho154@yandex.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3362-9617>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1847-2917>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6459-9516>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1770-6678>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7164-7942>

⁸ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8475-2987>

⁹ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4143-576X>

¹⁰ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3970-1707>

¹¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2501-7768>

Received 08.07.2021

Accepted 25.02.2022

Abstract: The paper presents the research on special aspects of structure formation in the transition zones of a layer metal material made of structural carbon and alloy stainless steels with an internal protector. The authors specify the order of layers arrangement. As an industrial method of producing such a material, the explosion welding technology was selected, which ensures the production of three-, four- and six-layer materials with one and two internal protectors per one explosion. The selection of optimal process parameters was carried out using computer modeling in the *LS-DYNA* software product. By calculation, the authors determined the main technological parameters of the process, which provide in the contact zone at each interlayer boundary the ratio of the amplitude of the generated waves to their length in the range from 0.3 to 0.5. Mechanical tests of multilayer workpieces were carried out. The shear strength of layers was from 320 to 410 MPa, the ultimate tensile strength of the main layer was from 520 to 710 MPa, the impact resistance was from 290 to 740 kJ/m², and the bending angle under static loading was 140 degrees and higher. The authors determined the phase com-

position and characteristics of the crystallographic structure of transition zones of a layer metal material with an internal protector. The study identified the presence of γ -Fe with a face-centered crystal lattice, two cubic structures, one hexagonal, and one orthorhombic. On the samples with artificial pitting, the authors determined their influence on the rate of anodic dissolution of a protective layer when contacting with an aggressive environment. The study shows that the interlayer boundaries with a homogeneous structure and minimal thickness have the highest corrosion resistance.

Keywords: layer metal material; internal protector; explosion welding; interlayer boundary; computer simulation.

Acknowledgements: The work was carried out within the framework of the project No. 0748-2020-0013 “Scientific principles of formation of heterogeneous structures by the physical-chemical dispersion methods” (state assignment to the university in the field of scientific activity. Customer: Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation).

The authors express gratitude to the employees of the specialized laboratory of JSC “RPA “CNIITMASH” (Moscow), JSC Institute of Nuclear Materials (Zarechny, the Sverdlovsk Region), OOO Mid-Volga Region Certification and Diagnostic Center “Delta” (Togliatti, the Samara Region), and to Core Facility Center “ROMET” (Penza) for assistance in carrying out the experiments.

For citation: Rozen A.E., Kharina I.L., Gudenko A.S., Pryshchak A.V., Khorin A.V., Batrashov V.M., Guskov M.S., Rozen A.A., Kozlov D.V. Special aspects of structure formation of a transition zone in a layer composite produced by explosion welding. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 61–72. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-61-72.

Формирование острой кубической текстуры в лентах-подложках из сплавов (Cu+Ni)–Me (Me=Mo, Mn, Nb) для высокотемпературных сверхпроводников второго поколения

© 2022

Суаридзе Теона Романовна*¹, младший научный сотрудник

Хлебникова Юлия Валентиновна², кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник

Егорова Лада Юрьевна³, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

Институт физики металлов им. М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

*E-mail: t.suaridze@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4845-1102>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2196-1647>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1951-2976>

Поступила в редакцию 16.08.2021

Принята к публикации 16.02.2022

Аннотация: После холодной прокатки со степенями обжатия более 97 % и рекристаллизационного отжига в ряде металлов с гранцентрированной кубической решеткой, обладающих высоким или средним значением энергии дефектов упаковки, таких как Ni, Cu, Al, Pt и некоторых сплавов на их основе, формируется острая кубическая текстура. Протяженные ленты из этих металлов и сплавов с гранцентрированной кубической решеткой могут быть использованы для нанесения многослойных функциональных композиций. Проведено исследование структуры и кристаллографической текстуры в лентах из тройных сплавов на медно-никелевой основе. Показана принципиальная возможность создания многокомпонентных сплавов на базе бинарного сплава Cu+40% Ni, дополнительно легированного такими элементами, как Mo или Nb. Рассмотрено формирование острой кубической текстуры в лентах из сплавов Cu–Ni–Mn, Cu–Ni–Nb и Cu–Ni–Mo, полученных путем холодной деформации прокаткой и рекристаллизационного отжига, проведенного при различных температурах. Установлено, что оптимальным режимом рекристаллизационного отжига, при котором на поверхности деформированных на ~99 % лент из сплавов (Cu+40% Ni)–Me (где Me=Mn, Mo, Nb) реализуется наиболее совершенная кубическая текстура, является отжиг в течение 1 ч при 1050 °С. Согласно полученным данным, после такого режима отжига в сплавах Cu–40% Ni–1,3% Mn, Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb сформировалось от 94 до 98 % зерен с ориентацией {001}<100>, что открывает перспективу использования данных сплавов в качестве эпитаксиальных подложек в технологии высокотемпературных сверхпроводников второго поколения. Оценка механических характеристик показала, что легирование способствовало повышению величины предела текучести сплавов Cu–40% Ni–1,3% Mn, Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb в 3–4 раза по сравнению с величиной предела текучести текстурованной медной ленты.

Ключевые слова: текстурованные ленты; сплавы на медно-никелевой основе; деформация; рекристаллизационный отжиг; кубическая текстура; предел текучести.

Благодарности: Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Структура» (№ г.р. АААА-А18-118020190116-6) при частичной финансовой поддержке РФФИ и Свердловской области в рамках научного проекта № 20-43-660034.

Исследования структуры и текстуры образцов были проведены в отделе электронной микроскопии ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН.

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Суаридзе Т.Р., Хлебникова Ю.В., Егорова Л.Ю. Формирование острой кубической текстуры в лентах-подложках из сплавов (Cu+Ni)–Me (Me=Mo, Mn, Nb) для высокотемпературных сверхпроводников второго поколения // Frontier Materials and Technologies. 2022. № 1. С. 73–81. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-73-81.

ВВЕДЕНИЕ

Как известно, биаксиально текстурированная лента из ГЦК-сплавов на никелевой или медной основе может быть использована в качестве подложки для эпитаксиального нанесения на нее функциональных слоев при создании высокотемпературных сверхпроводящих материалов второго поколения (ВТСП материалов 2-го поколения) (*2G HTS – second-generation high-temperature superconductors*) [1]. RABiTS (*Rolling*

Assisted-Biaxially-Textured-Substrates) – это одна из технологий создания ВТСП материалов 2-го поколения, при которой подложки с биаксиальной текстурой получают посредством прокатки и рекристаллизационного отжига. Ленты-подложки из медных сплавов, изготовленные по технологии RABiTS, ввиду их относительно невысокой стоимости и немагнитности представляются весьма перспективными, как альтернатива используемым на сегодняшний день в производстве лентам из сплавов на основе никеля, обладающим острой

кубической текстурой. Среди обилия разработанных и запатентованных составов сплавов на никелевой и медной основах наиболее широко применяемым в технологии производства кабелей 2G HTS по-прежнему остается ферромагнитный сплав Ni–4,8 at. % W [2–4]. Разные группы исследователей предпринимают попытки создать немагнитные сплавы системы Ni–W посредством увеличения содержания вольфрама [5–7]. Например, в работе [5] смешивали сплавы на основе никеля с содержанием 8 и 12 at. % W. В полученной подложке сформировалось около 98 % зерен с ориентацией $\{001\} \langle 100 \rangle$, однако она обладала незначительным магнетизмом. Кроме того, создание сплавов методом порошковой металлургии существенно дороже, чем традиционная выплавка, особенно в случае если речь идет о перспективе производства многокилометрового кабеля. В работе [7] авторам не удалось получить в ленте из сплава Ni–9,3 at. % W текстуру, аналогичную по степени совершенства текстуре сплава Ni–4,8 at. % W, ставшего классическим. В связи с этим актуальной является задача разработки лент-подложек из немагнитных при 77 К ГЦК-сплавов на медной основе, не уступающих по степени совершенства и прочностным характеристикам сплавам на основе никеля.

В меди после холодной деформации прокаткой формируется текстура деформации такого компонентного состава, который позволяет при последующем рекристаллизационном отжиге формировать острую биаксиальную текстуру. Однако значение энергии дефектов упаковки (ЭДУ) меди согласно [8] существенно ниже, чем у никеля, что ограничивает возможности легирования при создании медных сплавов, поскольку легирование всегда снижает ЭДУ. Это, в свою очередь, приводит к увеличению объемной доли компонент $\{110\} \langle 112 \rangle$ за счет снижения объемной доли суммы компонент $\{123\} \langle 634 \rangle$ и $\{112\} \langle 111 \rangle$. Подобное изменение компонентного состава текстуры деформации приводит к формированию на поверхности сплавов текстуры типа латуни, которая не позволяет в дальнейшем формировать острую биаксиальную текстуру [9; 10]. Из всех химических элементов, ввиду неограниченной растворимости, только никель можно вводить в медную матрицу без ограничений, не снижая при этом ЭДУ сплава. Однако по оценке [11], в сплавах меди с содержанием ~46–47 at. % Ni точка Кюри ниже 77 К. Это обстоятельство количественно ограничивает легирование меди никелем. Наиболее эффективными с точки зрения упрочнения являются тугоплавкие элементы, такие как вольфрам, молибден и ниобий, но медь не образует с ними твердого раствора. Процесс получения, например, бинарных сплавов Cu–Me (Mo, Nb) технологически невозможен из-за существенной разницы в температурах плавления этих металлов.

Технология получения протяженных лент из бинарных сплавов системы Cu–Ni, обладающих острой биаксиальной текстурой, была рассмотрена в ряде работ [12–14]. Выбор медно-никелевой базы для создания лент-подложек из тройных сплавов (Cu+40 % Ni)–Me связан с тем, что в данных сплавах с увеличением содержания никеля расширяется область ГЦК-твердого раствора [15; 16]. Авторами [17] была рассмотрена возможность формирования острой биаксиальной тексту-

ры в тройном сплаве на медно-никелевой основе с добавкой такого тугоплавкого элемента, как вольфрам. В настоящей работе предложено рассмотреть возможность получения совершенной биаксиальной текстуры в тройных сплавах на медно-никелевой основе с добавками ниобия, молибдена и марганца. Согласно [18] сплав Cu–Ni–Mn (или промышленный константан) является одним из наиболее перспективных и привлекательных сплавов при создании лент-подложек с совершенной кубической текстурой, близкой к монокристалльной. Исходя из данных работ [19–21], можно ожидать, что легирование сплавов приведет к увеличению прочностных и антикоррозионных свойств лент.

Цель работы – исследование структуры, кристаллографической текстуры и механических свойств тонких протяженных лент из сплавов (Cu+Ni)–Me (где Me=Mn, Mo, Nb), имеющих перспективу использования в качестве эпитаксиальных подложек при производстве высокотемпературных сверхпроводящих материалов второго поколения.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материалов для исследований были выбраны следующие сплавы (at. %): Cu–40% Ni–1,3% Mn, Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb. Выплавка тройных сплавов на медно-никелевой основе была произведена в вакуумной индукционной печи в атмосфере аргона с использованием меди марки М0 (чистота 99,95 wt. %), никеля (чистота 99,99 wt. %), а также ниобия, марганца и молибдена (чистота не ниже 99,94 wt. %). Полученные слитки (вес ~500 г) после удаления усадочной раковины ковали на прутки 10×10 мм в интервале температур 900–1100 °С. После шлифовки заготовки отжигались в течение 1,5 ч при 650 °С.

Далее заготовки аналогично [10; 20] были подвергнуты холодной деформации прокаткой в 2 этапа с не менее чем 70 проходами, до толщины ~90–100 мкм. Общая степень обжатия протяженных лент-подложек составляла 98,6–99,1 %.

Температура начала рекристаллизации холоднокатаных лент из тройных сплавов на медно-никелевой основе определена на кварцевом dilatометре ULVAC-SINKU RIKO по изменению коэффициента термического расширения сплава. Съемка кривых проводилась в интервале температур от 20 до 850 °С со скоростью нагрева 2 К/мин.

Рекристаллизационные отжиги с целью получения кубической текстуры ленточных образцов из сплавов (Cu+Ni)–Me, помещенных в вакуумный контейнер, были проведены посадкой в печь при следующих температурах: 950, 1000, 1050 и 1100 °С. Время выдержки составляло 1 ч, охлаждение образцов происходило при комнатной температуре.

Исследование структуры лент-подложек было выполнено с помощью оптического микроскопа Neophot-30. Для этого образцы травили в смеси концентрированных кислот HNO₃, HCl и H₃PO₄ в равных долях с добавлением 30–40 % H₂O₂.

Величина среднего размера зерен в образцах вычислялась по структуре отожженных лент с помощью

метода секущих, как среднее арифметическое ~ 80 измерений. Подсчет производился по изображениям структуры, полученным на оптическом микроскопе.

Качество текстуры, сформировавшейся на поверхности лент после рекристаллизационных отжига, было проанализировано с помощью сканирующего электронного микроскопа FEI Quanta 200 с использованием метода дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD). Сканирование ориентационных данных осуществлялось с поверхности площадью $3 \times 3,2$ мм с шагом 2 мкм.

Анализ механических характеристик проводился с использованием текстурованных лент (отжиг 1050 °С, 1 ч). Данные о величине $\sigma_{0,2}$ получены в результате испытаний на растяжение образцов толщиной 100 мкм, длиной 120 мм и шириной 5 мм. Исследования были выполнены при комнатной температуре.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Текстура и структура лент-подложек из тройных сплавов на медно-никелевой основе

По результатам проведенных электронно-микроскопических исследований было определено, что после всех примененных режимов рекристаллизационного отжига (от 950 до 1100 °С в течение 1 ч) в тонких лентах-подложках из тройных сплавов формируется острая биаксиальная текстура. Однако по мере увеличения температуры отжига до 1050 °С степень совершенства полученной текстуры существенно возрастала. Доля кубических зерен после отжига при 950 – 1050 °С варьировалась от 78 до 97 % для сплавов разных составов. Например, в текстурованной ленте из сплава Cu–40% Ni–0,8% Mo после отжига 1000 °С, 1 ч сформировалось 88 % зерен с ориентацией $\{001\} \langle 100 \rangle$, а после отжига при 1050 °С в течение 1 ч их доля за счет резкого снижения количества двойниковой составляющей увеличилась до 97 %. На рис. 1 приведены данные EBSD-анализа, характеризующие качество сформировавшейся текстуры в лентах-подложках из сплава (Cu+40% Ni)–0,8% Mo после отжига при 1050 °С, 1 ч. На гистограмме распределения углов разориентировки границ зерен (рис. 1 с) слабый пик в области углов 60° соответствует зернам с двойниковой ориентацией.

Повышение температуры рекристаллизационного отжига до 1100 °С привело к уменьшению степени совершенства текстуры во всех исследованных сплавах. На рис. 2 приведены данные для ленты-подложки из сплава Cu–40% Ni–1,3% Mn. В результате отжига при 1050 °С в течение 1 ч доля зерен с ориентацией $\{001\} \langle 100 \rangle$ на поверхности сплава составляла 94 % (рис. 2 а, 2 б). Однако последующее увеличение температуры отжига на 50 °С (режим отжига 1100 °С, 1 ч), согласно полученным данным, привело к росту отдельных зерен и развитию в структуре сплава процесса вторичной рекристаллизации (рис. 2 с, 2 д).

Вследствие этого, оптимальным режимом рекристаллизационного отжига для сплавов всех составов, при котором на поверхности лент-подложек формируется текстура максимальной степени совершенства (близкая к монокристалльной), является отжиг при 1050 °С, 1 ч. Высокое значение температуры отжига связано

с тем, что введение даже малого количества тугоплавкого элемента в медно-никелевую основу заметно повышает температуру начала рекристаллизации сплава (таблица 1).

Металлографические исследования показали, что с повышением температуры рекристаллизационного отжига до 1050 °С структура исследованных образцов из сплавов Cu–40% Ni–1,3% Mn, Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb становится более однородной по размеру зерна. В качестве примера на рис. 3 а, 3 б приведена структура тонкой ленты из сплава Cu–40% Ni–0,8% Mo после отжига при 1000 и 1050 °С. На рис. 3 а стрелками показаны зерна с двойниковой ориентацией, на рис. 3 б ввиду формирования более совершенной текстуры двойниковой составляющей не наблюдалось. Следует отметить, что для каждого сплава в ходе работы было проанализировано несколько различных участков по длине текстурованной ленты.

Механические свойства текстурованных лент из тройных сплавов на медно-никелевой основе

Анализ механических характеристик, а именно величины предела текучести, показал, что легирование сплавов привело к повышению прочности лент. Данные, полученные в результате испытаний на растяжение, для лент-подложек из сплавов Cu–40% Ni–1,3% Mn, Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb приведены в таблице 1. Согласно им, величина предела текучести лент-подложек из тройных сплавов составляла от 85 до 108 МПа. Для изученных ранее лент из чистой меди и базового сплава Cu–40% Ni величина $\sigma_{0,2}$ составляла 25 и 80 МПа соответственно [10; 20].

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Основной характеристикой ленточных многослойных ВТСП является величина критического тока, которая в значительной степени определяется остротой кристаллографической текстуры в материале сверхпроводника, наследуемой от кубической текстуры металлической подложки. Существующие межзеренные границы в сверхпроводящем слое создают препятствие протеканию тока сверхпроводимости, но эти препятствия уменьшаются с увеличением степени текстурованности [20]. Электронно-микроскопические исследования показали, что рассмотренные в настоящей работе ленты-подложки из сплавов Cu–40% Ni–1,3% Mn, Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb не уступают по степени совершенства текстуры лентам-подложкам из сплавов на никелевой и медной основах, в которых доля кубических зерен составляла от 93 до 99–100 % [2; 7; 17; 18].

Кроме того, для производства протяженных лент в промышленности необходимо иметь достаточно высокие прочностные характеристики несущей металлической основы. Испытания на растяжение показали, что дополнительное легирование медно-никелевой базы 0,8 % W и 0,5 % Nb способствовало увеличению механических свойств лент-подложек до 25 %, а введение 1,3% Mn практически не привело к изменению величины предела текучести. Отметим, что рассмотренные прочностные характеристики сплавов Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb не уступают изученным

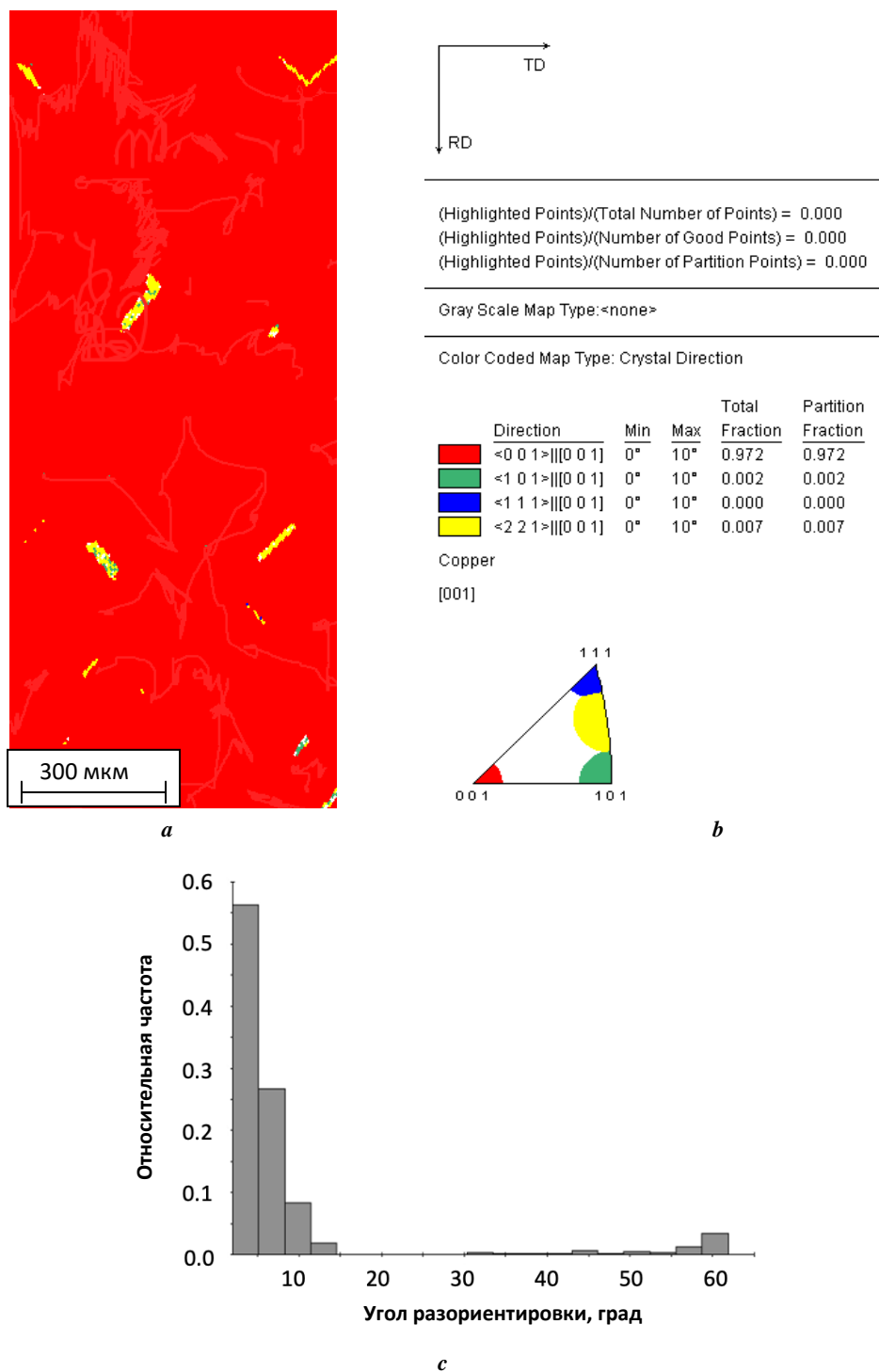


Рис. 1. Микрокарта ориентировок зерен (а), компонентный состав текстуры рекристаллизации (б) и гистограмма разориентировки границ зерен (с) для ленты из сплава Cu–40% Ni–0,8% Mo после отжига при 1050 °С в течение 1 ч

Fig. 1. Micromaps of grains' orientations (a), component composition of a recrystallization texture (b), and a misorientation bar chart of grain boundaries (c) for a band made of Cu–40% Ni–0.8% Mo alloy after annealing at 1050 °C during 1 h

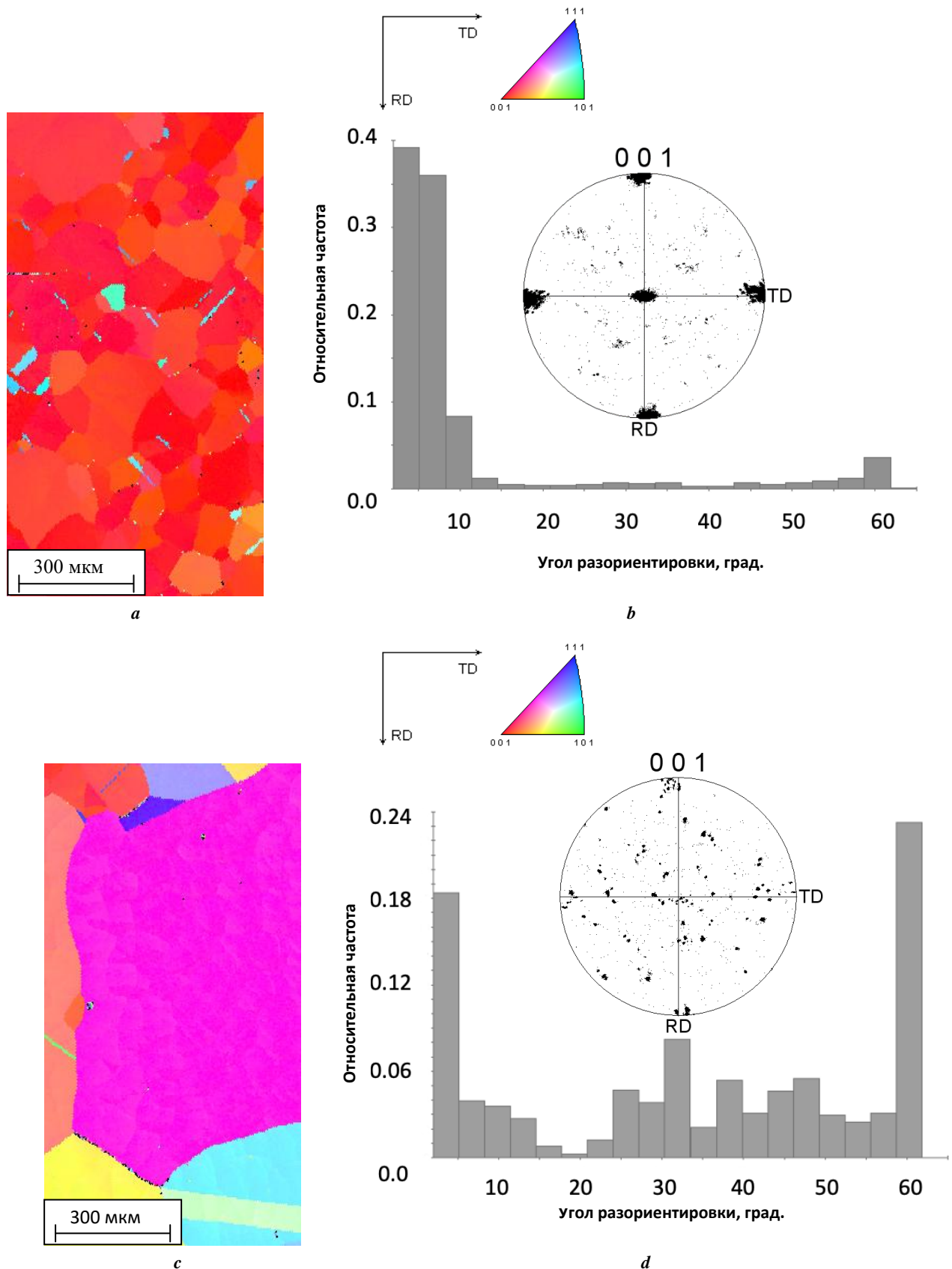


Рис. 2. Микрокарты ориентировок зерен (а, с), полюсные фигуры {001} и гистограммы разориентировки границ зерен (b, d) для ленты из сплава Cu-40% Ni-1,3% Mn после рекристаллизационных отжигов в течение 1 ч при 1050 °C (а, b) и 1100 °C (с, d)

Fig. 2. Micromaps of grains' orientations (a, c), pole figures {001}, and a misorientation bar charts of grain boundaries (b, d) for a band made of Cu-40% Ni-1.3% Mn alloy after recrystallization annealing at 1050 °C (a, b) and 1100 °C (c, d) during 1 h

Таблица 1. Химический состав, температура начала привычной рекристаллизации, предел текучести при 20 °С и параметры текстуры отожженных лент-подложек
Table 1. Chemical composition, temperature of regular recrystallization start, yield strength at 20 °С, and texture parameters of the annealed bands-substrates

Состав сплава, at. %	Температура начала рекристаллизации, °С	Температура отжига, °С	Количество кубических зерен, %	Средний размер рекристаллизованного зерна d_{cp} , мкм	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа*
Cu (99,95 wt. %)	200	600	95	30±2	25
Cu-40 Ni	535	1050	96	35±5	80
Cu-40 Ni-1,3 Mn	575	1050	94	50±5	85
Cu-40 Ni-0,5 Nb	640	1050	98	38±2	102
Cu-40 Ni-0,8 Mo	630	1050	97	38±2	108

* Приведено среднее значение по результатам измерений не менее трех образцов.

* An average value according to the results of measuring at least three specimens is indicated.

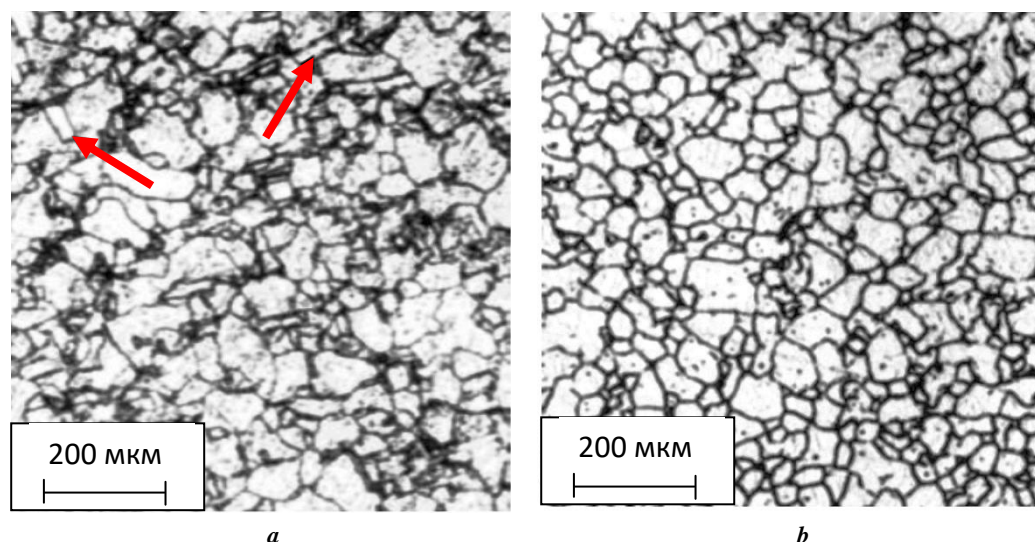


Рис. 3. Структура поверхности текстурированных лент из сплава Cu-40% Ni-0,8% Mo после отжига в течение 1 ч при 1000 °С (а) и 1050 °С (б)

Fig. 3. Surface structure of textured bands made of Cu-40% Ni-0.8% Mo alloy after annealing during 1 hour at 1000 °С (a) and 1050 °С (b)

ранее тройным сплавам Cu-40% Ni-1,1% V, Cu-40% Ni-1,2% Cr и Cu-40% Ni-1,4% Fe, для которых величина $\sigma_{0,2}$ составляла 96–100 МПа [20].

Следует отметить, что при испытаниях на растяжение текстурированных образцов из лент-подложек необходимо учитывать, что в ГЦК-кристаллах в направлении $\langle 001 \rangle$ механические свойства наименьшие, т. е. чем совершеннее текстура, тем ниже $\sigma_{0,2}$. Известно, что помимо степени совершенства кубической текстуры на уровень прочностных свойств оказывают влияние и технологические параметры изготовления ленты, в частности степень чистоты металлов основы и легирующих элементов. Например, если при выплавке сплава использовать никель чистотой 99,93 вес. % вместо 99,99 вес. %, то примеси, даже в таком малом количестве, будут сдерживать рост зерна при отжиге, и в результате сред-

ний размер рекристаллизованного зерна будет меньше, а прочностные свойства выше.

Рассмотренные в работе тройные сплавы на медно-никелевой основе парамагнитны при рабочей температуре высокотемпературного сверхпроводника и обладают меньшей стоимостью по сравнению с никелевыми сплавами. В связи с этим текстурированные ленты из сплавов Cu-Ni-Mn, Cu-Ni-Nb и Cu-Ni-Mo могут быть использованы в качестве подложек, как альтернатива используемому в технологии производства 2G HTS сплаву Ni-4,8 at. % W.

ВЫВОДЫ

Получены опытные образцы лент-подложек из тройных сплавов на медно-никелевой основе с Mo, Nb

и Mn. В результате EBSD-анализа установлено, что ленты из сплавов Cu–40% Ni–1,3% Mn, Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb, обладающие совершенной кубической текстурой, могут быть использованы в качестве эпитаксиальных подложек при производстве высокотемпературных сверхпроводящих кабелей второго поколения. Оптимальным режимом рекристаллизационного отжига для формирования высокотекстурованного состояния в сплавах является отжиг в течение 1 ч при температуре 1050 °С. Металлографические исследования показали, что в лентах из сплавов Cu–Ni–Nb, Cu–Ni–Mn и Cu–Ni–Mo после холодной деформации и рекристаллизационного отжига формируется однородная структура.

Произведена оценка механических характеристик лент-подложек. Установлено, что величина предела текучести сплавов Cu–40% Ni–1,3% Mn, Cu–40% Ni–0,8% Mo и Cu–40% Ni–0,5% Nb в 3–4 раза выше предела текучести текстурованной ленты из чистой меди.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Токонесущие ленты второго поколения на основе высокотемпературных сверхпроводников / под ред. А. Гояла. М.: ЛКИ, 2010. 432 с.
2. Subramanya Sarma V., Eickemeyer J., Schultz L., Holzapfel B. Recrystallization texture and magnetization behaviour of some FCC Ni-W alloys // *Scripta Materialia*. 2004. Vol. 50. № 7. P. 953–957. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2004.01.004](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.01.004).
3. Strickland N.M., Wimbush S.C., Rupich M.W., Long N.J. Asymmetries in the field and angle dependences of the critical current in HTS tapes // *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*. 2019. Vol. 29. № 5. Article number 8620293. DOI: [10.1109/TASC.2019.2894278](https://doi.org/10.1109/TASC.2019.2894278).
4. Gao M.M., Zhang F.Y., Liang S., Li H.B., Ma L., Liu M., Kausar S., Suo H.L. Influence of cube texture development on magnetic properties of Ni–5 at.% W alloy substrates // *Journal Magnetism and Magnetic Materials*. 2019. Vol. 469. P. 515–521. DOI: [10.1016/j.jmmm.2018.09.029](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.09.029).
5. Ji Y., Suo H., Zhang Z., Ma L., Wu X., Zhang C., Wu X., Zhang C., Li J., Cui J., Li C., Kausar S., Liu M., Wang Y., Wang Q. Strong cube texture of super-high tungsten Ni-W alloy substrates used in REBCO coated conductors // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 820. Article number 153430. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.153430](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153430).
6. Ji Y., Suo H., Meng Y., Wu X., Shaheen K., Ma L., Liu M., Wang L., Zang Z. A Study about Ni–8 at. % W Alloy Substrates Used for REBCO Coated Conductors // *Physics of Metals and Metallography*. 2021. Vol. 122. P. 1473–1481. DOI: [10.1134/S0031918X21140118](https://doi.org/10.1134/S0031918X21140118).
7. Jia Y.T., Suo H.L., Ma L., Wang Z., Yua D., Shaheena K., Cuia J., Liu J., Gao M.M. Formation of Recrystallization Cube Texture in Highly Rolled Ni–9.3 at. % W // *Physics of Metals and Metallography*. 2020. Vol. 121. № 3. P. 248–253. DOI: [10.1134/S0031918X20020180](https://doi.org/10.1134/S0031918X20020180).
8. Вишняков Я.Д. Дефекты упаковки в кристаллической структуре. М.: Металлургия, 1970. 216 с.
9. Гервасьева И.В., Родионов Д.П., Хлебникова Ю.В. Текстура деформации прокатанных лент из сплавов на основе меди как условие получения острой кубической текстуры при рекристаллизации // *Физика металлов и металловедение*. 2015. Т. 116. № 7. С. 729–736. DOI: [10.7868/S0015323015070074](https://doi.org/10.7868/S0015323015070074).
10. Хлебникова Ю.В., Родионов Д.П., Гервасьева И.В., Суаридзе Т.Р., Акшенцев Ю.Н., Казанцев В.А. Выбор сплавов на основе меди для создания лент-подложек с острой кубической текстурой // *Физика металлов и металловедение*. 2014. Т. 115. № 12. С. 1299–1308. DOI: [10.7868/S0015323014120031](https://doi.org/10.7868/S0015323014120031).
11. Soubeyroux J.L., Bruzek C.E., Girard A., Jorda J.L. Thermal Treatments for Biaxially Textured Cu-Ni Alloys for YBCO Coated Conductors // *IEEE Transactions on applied superconductivity*. 2005. Vol. 15. № 2. P. 2687–2690. DOI: [10.1109/TASC.2005.847783](https://doi.org/10.1109/TASC.2005.847783).
12. Girard A., Bruzek C.E., Jorda J.L., Ortega L., Soubeyroux J.L. Industrial Cu-Ni alloys for HTS coated conductor tape // *Journal of Physics: Conference Series*. 2006. Vol. 43. № 1. P. 341–343. DOI: [10.1088/1742-6596/43/1/085](https://doi.org/10.1088/1742-6596/43/1/085).
13. Cui J., Suo H.-L., Wang J.-H., Grivel J.-C., Ma L., Li C.-Y., Ji Y.-T., Kausar S., Liu M., Wang Y. Effect of different deformation and annealing procedures on non-magnetic textured Cu₆₀Ni₄₀ alloy substrates // *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*. 2018. Vol. 25. № 8. P. 930–936. DOI: [10.1007/s12613-018-1642-3](https://doi.org/10.1007/s12613-018-1642-3).
14. Chen X., Chen D., Sun H., Wang L. Effects of Cold Rolling Reduction and Annealing Temperature on Microstructure and Texture Evolution of Cu-44% Ni Alloy // *Rare Metal Materials and Engineering*. 2018. Vol. 47. № 7. P. 1958–1964. DOI: [10.1016/S1875-5372\(18\)30165-6](https://doi.org/10.1016/S1875-5372(18)30165-6).
15. Prasad Rao P., Agrawal B.K., Rao A.M. Studies on spinodal decomposition in Cu-27Ni-2Cr alloy // *Journal of Materials Science*. 1986. Vol. 21. P. 3759–3766. DOI: [10.1007/BF00553427](https://doi.org/10.1007/BF00553427).
16. Raghavendra Bhat R., Prasad Rao P. Effect of thermomechanical treatment on the phase transformation in Cu-44Ni-5Cr alloy // *Journal of Materials Science*. 1994. Vol. 29. № 18. P. 4808–4818. DOI: [10.1007/BF00356527](https://doi.org/10.1007/BF00356527).
17. Liu Z., Liu P., Fan R., Li W., Zhang F. Effect of hot deformation of cube texture in annealed Cu-Ni-W substrate // *Physica C: Superconductivity and its applications*. 2019. Vol. 563. P. 63–66. DOI: [10.1016/j.physc.2019.04.014](https://doi.org/10.1016/j.physc.2019.04.014).
18. Varanasi C.V., Brunke L., Burke J., Maartense I., Padmaja N., Efstathiadis H., Chaney A., Barnes P.N. Biaxially textured constantan alloy (Cu 55 wt%, Ni 44 wt%, Mn 1 wt%) substrates for YBa₂Cu₃O_{7-x} coated conductors // *Superconductor Science and Technology*. 2006. Vol. 19. № 9. P. 896–901. DOI: [10.1088/0953-2048/19/9/002](https://doi.org/10.1088/0953-2048/19/9/002).
19. Хлебникова Ю.В., Суаридзе Т.Р., Родионов Д.П., Егорова Л.Ю., Гервасьева И.В., Гуляева Р.И. Антикоррозионные свойства текстурованных лент-подложек из тройных сплавов на медно-никелевой основе // *Физика металлов и металловедение*. 2017. Т. 118. № 11. С. 1214–1222. DOI: [10.7868/S0015323017110043](https://doi.org/10.7868/S0015323017110043).
20. Родионов Д.П., Акшенцев Ю.Н., Гервасьева И.В., Хлебникова Ю.В., Суаридзе Т.Р. Способ изготовления биаксиально текстурированной подложки из трой-

- ного сплава на медно-никелевой основе: патент РФ № 2624564, 2017. 9 с.
- Vannozzi A., Thalmaier Gy., Armenio A.A., Augieri A., Galluzzi V., Mancini A., Rufoloni A., Petrisor T., Celentano G. Development and characterization of cube-textured Ni-Cu-Co substrates for YBCO-coated conductors // *Acta Materialia*. 2010. Vol. 58. № 3. P. 910–918. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.10.006](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.10.006).
- ## REFERENCES
- Goyal A., ed. *Tokonesushchie lenty vtorogo pokoleniya na osnove vysokotemperaturnykh sverkhprovodnikov* [Second-Generation HTS Conductors]. Moscow, LKI Publ., 2010. 432 p.
 - Subramanya Sarma V., Eickemeyer J., Schultz L., Holzapfel B. Recrystallization texture and magnetization behaviour of some FCC Ni-W alloys. *Scripta Materialia*, 2004, vol. 50, no. 7, pp. 953–957. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2004.01.004](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.01.004).
 - Strickland N.M., Wimbush S.C., Rupich M.W., Long N.J. Asymmetries in the field and angle dependences of the critical current in HTS tapes. *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, 2019, vol. 29, no. 5, article number 8620293. DOI: [10.1109/TASC.2019.2894278](https://doi.org/10.1109/TASC.2019.2894278).
 - Gao M.M., Zhang F.Y., Liang S., Li H.B., Ma L., Liu M., Kausar S., Suo H.L. Influence of cube texture development on magnetic properties of Ni–5 at.%W alloy substrates. *Journal Magnetism and Magnetic Materials*, 2019, vol. 469, pp. 515–521. DOI: [10.1016/j.jmmm.2018.09.029](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.09.029).
 - Ji Y., Suo H., Zhang Z., Ma L., Wu X., Zhang C., Wu X., Zhang C., Li J., Cui J., Li C., Kausar S., Liu M., Wang Y., Wang Q. Strong cube texture of super-high tungsten Ni-W alloy substrates used in REBCO coated conductors. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 820, article number 153430. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.153430](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153430).
 - Ji Y., Suo H., Meng Y., Wu X., Shaheen K., Ma L., Liu M., Wang L., Zang Z. A Study about Ni–8 at. % W Alloy Substrates Used for REBCO Coated Conductors. *Physics of Metals and Metallography*, 2021, vol. 122, pp. 1473–1481. DOI: [10.1134/S0031918X21140118](https://doi.org/10.1134/S0031918X21140118).
 - Jia Y.T., Suo H.L., Ma L., Wang Z., Yua D., Shaheena K., Cuia J., Liu J., Gao M.M. Formation of Recrystallization Cube Texture in Highly Rolled Ni–9.3 at. % W. *Physics of Metals and Metallography*, 2020, vol. 121, no. 3, pp. 248–253. DOI: [10.1134/S0031918X20020180](https://doi.org/10.1134/S0031918X20020180).
 - Vishnyakov Ya.D. *Defekty upakovki v kristallicheskoy structure* [Stacking faults in crystal structure]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1970. 216 p.
 - Gervas'eva I.V., Rodionov D.P., Khlebnikova Y.V. The deformation texture of rolled ribbons of copper-based alloys as a condition of producing a sharp cubic texture upon recrystallization. *The Physics of Metals and Metallography*, 2015, vol. 116, no. 7, pp. 690–697. DOI: [10.7868/S0015323015070074](https://doi.org/10.7868/S0015323015070074).
 - Khlebnikova Y.V., Rodionov D.P., Gervas'eva I.V., Suaridze T.R., Akshentsev Y.N., Kazantsev V.A. Choice of copper-based alloys for ribbon substrates with a sharp cube texture. *The Physics of Metals and Metallography*, 2014, vol. 115, no. 12, pp. 1231–1240. DOI: [10.7868/S0015323014120031](https://doi.org/10.7868/S0015323014120031).
 - Soubeyroux J.L., Bruzek C.E., Girard A., Jorda J.L. Thermal Treatments for Biaxially Textured Cu-Ni Alloys for YBCO Coated Conductors. *IEEE Transactions on applied superconductivity*, 2005, vol. 15, no. 2, pp. 2687–2690. DOI: [10.1109/TASC.2005.847783](https://doi.org/10.1109/TASC.2005.847783).
 - Girard A., Bruzek C.E., Jorda J.L., Ortega L., Soubeyroux J.L. Industrial Cu-Ni alloys for HTS coated conductor tape. *Journal of Physics: Conference Series*, 2006, vol. 43, no. 1, pp. 341–343. DOI: [10.1088/1742-6596/43/1/085](https://doi.org/10.1088/1742-6596/43/1/085).
 - Cui J., Suo H.-L., Wang J.-H., Grivel J.-C., Ma L., Li C.-Y., Ji Y.-T., Kausar S., Liu M., Wang Y. Effect of different deformation and annealing procedures on non-magnetic textured Cu₆₀Ni₄₀ alloy substrates. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 2018, vol. 25, no. 8, pp. 930–936. DOI: [10.1007/s12613-018-1642-3](https://doi.org/10.1007/s12613-018-1642-3).
 - Chen X., Chen D., Sun H., Wang L. Effects of Cold Rolling Reduction and Annealing Temperature on Microstructure and Texture Evolution of Cu-44% Ni Alloy. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2018, vol. 47, no. 7, pp. 1958–1964. DOI: [10.1016/S1875-5372\(18\)30165-6](https://doi.org/10.1016/S1875-5372(18)30165-6).
 - Prasad Rao P., Agrawal B.K., Rao A.M. Studies on spinodal decomposition in Cu-27Ni-2Cr alloy. *Journal of Materials Science*, 1986, vol. 21, pp. 3759–3766. DOI: [10.1007/BF00553427](https://doi.org/10.1007/BF00553427).
 - Raghavendra Bhat R., Prasad Rao P. Effect of thermomechanical treatment on the phase transformation in Cu-44Ni-5Cr alloy. *Journal of Materials Science*, 1994, vol. 29, no. 18, pp. 4808–4818. DOI: [10.1007/BF00356527](https://doi.org/10.1007/BF00356527).
 - Liu Z., Liu P., Fan R., Li W., Zhang F. Effect of hot deformation of cube texture in annealed Cu-Ni-W substrate. *Physica C: Superconductivity and its applications*, 2019, vol. 563, pp. 63–66. DOI: [10.1016/j.physc.2019.04.014](https://doi.org/10.1016/j.physc.2019.04.014).
 - Varanasi C.V., Brunke L., Burke J., Maartense I., Padmaja N., Efstathiadis H., Chaney A., Barnes P.N. Biaxially textured constantan alloy (Cu 55 wt%, Ni 44 wt%, Mn 1 wt%) substrates for YBa₂Cu₃O_{7-x} coated conductors. *Superconductor Science and Technology*, 2006, vol. 19, no. 9, pp. 896–901. DOI: [10.1088/0953-2048/19/9/002](https://doi.org/10.1088/0953-2048/19/9/002).
 - Khlebnikova Y.V., Suaridze T.R., Rodionov D.P., Egorova L.Y., Gervas'eva I.V., Gulyaeva R.I. Anticorrosion properties of textured substrates made of copper-nickel-based ternary alloys. *The Physics of Metals and Metallography*, 2017, vol. 118, no. 11, pp. 1147–1154. DOI: [10.7868/S0015323017110043](https://doi.org/10.7868/S0015323017110043).
 - Rodionov D.P., Akshentsev Yu.N., Gervaseva I.V., Khlebnikova Yu.V., Suaridze T.R. *Sposob izgotovleniya biaksialno teksturovannoy podlozhki iz troynogo splava na medno-nikelevoy osnove* [The technique of production of a biaxial textured substrate made of a ternary copper-nickel-base alloy], patent RF no. 2624564, 2017. 9 p.
 - Vannozzi A., Thalmaier Gy., Armenio A.A., Augieri A., Galluzzi V., Mancini A., Rufoloni A., Petrisor T., Celentano G. Development and characterization of cube-textured Ni-Cu-Co substrates for YBCO-coated conductors. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58, no. 3, pp. 910–918. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.10.006](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.10.006).

Forming an edged cubic texture in band substrates made of (Cu+Ni)–Me (Me=Mo, Mn, Nb) alloys for high-temperature second-generation superconductors

© 2022

Teona R. Suaridze*¹, junior researcher

Yuliya V. Khlebnikova², PhD (Engineering), leading researcher

Lada Yu. Egorova³, PhD (Engineering), senior researcher

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

*E-mail: t.suaridze@yandex.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4845-1102>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2196-1647>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1951-2976>

Received 16.08.2021

Accepted 16.02.2022

Abstract: After cold-rolling reduction with the shrinkage of more than 97 % and recrystallization annealing, the edged cubic texture develops in some fcc lattice metals with the high and medium values of stacking fault energy such as Ni, Cu, Al, Pt, and some alloys on their base. The extended bands of metals and fcc lattice alloys can be used to apply multilayer functional compositions. The authors studied the structure and crystallographic texture in bands of three-component copper-nickel-based alloys. The study showed the crucial possibility of creating multi-component alloys based on the Cu+40% Ni binary alloy doped with such elements as Mo or Nb. The paper considers the formation of an edged cubic texture in bands of Cu–Ni–Mn, Cu–Ni–Nb, and Cu–Ni–Mo alloys produced through cold deformation with rolling and recrystallization annealing performed at different temperatures. The study identified that annealing during one hour at 1050 °C was an optimal recrystallization annealing mode when on the surface of bands made of (Cu+40 % Ni)–Me alloys (where Me=Mn, Mo, Nb) deformed at ~99 %, the most perfect cubic texture was realized. According to the data obtained, after such annealing mode, from 94% to 98% of grains with orientation {001}<100> developed in the Cu–40% Ni–1.3% Mn, Cu–40% Ni–0.8% Mo, and Cu–40% Ni–0.5% Nb alloys. It opens the prospect of using these alloys as epitaxial substrates in the technology of high-temperature second-generation superconductors. The evaluation of mechanical characteristics showed that alloying contributed to an increase in the yield strength of Cu–40% Ni–1.3% Mn, Cu–40% Ni–0.8% Mo, and Cu–40% Ni–0.5% Nb alloys by 3–4 times compared with the yield strength value of a textured copper band.

Keywords: textured tapes; copper-nickel-based alloys; deformation; recrystallization annealing; cubic texture; yield strength.

Acknowledgements: The work was carried out within the state assignment on the topic “Structure” (No. AAAA-A18-118020190116-6) under the partial financial support of the Russian Foundation for Basic Research and the Sverdlovsk Region within the scientific project No. 20-43-660034.

The research of the structure and texture of samples was conducted at the Electron Microscopy Center of the Collaborative Access Center “Testing Center of Nanotechnology and Advanced Materials” of M.N. Mikheev Institute of Metal Physics, UB RAS.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Suaridze T.R., Khlebnikova Yu.V., Egorova L.Yu. Forming an edged cubic texture in band substrates made of (Cu+Ni)–Me (Me=Mo, Mn, Nb) alloys for high-temperature second-generation superconductors. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 73–81. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-73-81.

Влияние старения на фазовый состав и механические свойства ванадийсодержащей высокоазотистой стали

© 2022

Тумбусова Ирина Алексеевна^{*1,2,3}, инженер, студент
Майер Галина Геннадьевна^{1,4}, кандидат физико-математических наук,
научный сотрудник лаборатории физики структурных превращений

¹Институт физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук, Томск (Россия)

²Томский политехнический университет, Томск (Россия)

*E-mail: tumbusova031098@mail.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6793-4324>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3043-9754>

Поступила в редакцию 19.07.2021

Принята к публикации 14.02.2022

Аннотация: Комплексное твердорастворное упрочнение аустенитных хромомарганцевых сталей азотом и углеродом является одним из эффективных методов получения высокоазотистых аустенитных сталей (ВАС) без использования специальных методов литья. С целью повысить растворимость атомов внедрения в жидком металле и подавить образования нежелательных вторичных фаз Cr_2N и Cr_2C_6 в ВАС добавляют карбидообразующие элементы (например, ванадий). К настоящему времени не проводилось комплексных экспериментальных работ, посвященных старению ванадиевых сталей, содержащих сверхвысокое количество атомов внедрения (более 1 масс. %). В работе с использованием методов рентгеноструктурного анализа, электронной микроскопии и одноосного статического растяжения изучено влияние температуры (600 и 700 °С) и продолжительности старения (0,5 и 5 ч) на фазовый состав и механические свойства ванадийсодержащей хромомарганцевой стали с высоким содержанием атомов азота и углерода ($\text{Fe-22Cr-26Mn-1,3V-0,7C-1,2N}$, N+C=1,9 масс. %). Экспериментально показано, что за счет реализации комплексного распада (по прерывистому и непрерывному механизмам) пересыщенного атомами внедрения аустенита старение при температурах 600 и 700 °С сопровождается дисперсионным твердением аустенитной фазы карбонитридами $\text{Cr}_2(\text{N,C})$ и $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$. Установлено, что по мере увеличения температуры и продолжительности старения фронт прерывистого распада движется от границ в объем аустенитных зерен. Распространению фронта реакции препятствуют образовавшиеся в аустенитных зернах по непрерывному распаду частицы $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$, в то время как крупные сферические частицы $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$ и $\text{Cr}_2(\text{N,C})$, не растворенные при закалке, слабо влияют на его движение. При выбранных режимах старения происходит увеличение значения условного предела текучести стали и уменьшение удлинения до разрушения.

Ключевые слова: сталь $\text{Fe-22Cr-26Mn-1,3V-0,7C-1,2N}$; старение; карбонитриды; дисперсионное твердение; прерывистый распад; условный предел текучести; пластичность.

Благодарности: Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований и администрации Томской области (проект № 18-48-700042 p_a).

Исследования проведены с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» ИФПМ СО РАН.

Авторы выражают благодарность д.ф.-м.н. Е.Г. Астафуровой, к.ф.-м.н. С.В. Астафурову, В.А. Москвиной, М.Ю. Панченко, К.А. Реуновой, Е.В. Мельникову за помощь в проведении исследования.

Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Тумбусова И.А., Майер Г.Г. Влияние старения на фазовый состав и механические свойства ванадийсодержащей высокоазотистой стали // Frontier Materials and Technologies. 2022. № 1. С. 82–90. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-82-90.

ВВЕДЕНИЕ

Азотсодержащие аустенитные стали превосходят традиционные аустенитные нержавеющие Fe-Cr-Ni стали по износостойкости, коррозионной стойкости, пластичности, вязкости, статической и циклической прочности [1–3]. В работах [4–6] показано, что добавление небольшого количества азота в состав Fe-Cr-Ni стали повышает ее физико-механические свойства. Например, в закаленной от 1050 °С стали 18Cr-10Ni при увеличении содержания азота с 0,05 до 0,35 масс. % происходит рост условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ от 200 до 400 МПа и предела прочности σ_b от 550

до 700 МПа, при этом пластические свойства стали снижаются незначительно от $\delta=55\%$ до $\delta=40\%$ [7]. В зависимости от содержания азота азотсодержащие стали подразделяют на три группы: стали с контролируемым содержанием азота (0,04–0,12 масс. % N), азотистые стали (0,12–0,4 масс. % N) и высокоазотистые стали (ВАС) (>0,4 масс. % N) [8]. К первой группе чаще всего относят хромоникелевые аустенитные стали, так как даже небольшое количество азота повышает их механические свойства и коррозионную стойкость, а стабилизация аустенитной структуры вызвана прежде всего высокой концентрацией никеля. Во второй группе сталей – обычно это стали систем Fe-Cr-Ni-Mn

и Fe–Cr–Mn – совместное легирование азотом и марганцем позволяет частично или полностью исключить из их состава дорогостоящий Ni, так как концентрации азота уже достаточно велики для стабилизации аустенитной структуры. Для получения аустенитных ВАС (третья группа) преимущественно используют систему Fe–Cr–Mn. По сравнению со сталями, содержащими менее 0,4 масс. % N, для сталей третьей группы характерны более высокое твердорастворное и зернограничное упрочнение, сильная температурная зависимость прочностных свойств, более высокие коэффициенты деформационного упрочнения и лучшие усталостные свойства [9–11]. Несмотря на большое количество преимуществ, для получения аустенитных сталей с высоким содержанием азота часто необходимо использование металлургии под давлением, за счет чего увеличивается их себестоимость [12–14]. Эта проблема может быть решена изменением системы легирования стали, а также при комплексном легировании хромомарганцевой стали атомами азота и углерода (C+N). Полученная при нормальном давлении сталь 17Mn–15Cr–0,43N–0,39C (C+N=0,82 масс. %) обладает привлекательным сочетанием механических свойств: $\sigma_{0,2}$ =494 МПа, σ_b =2635 МПа, δ =78 % [15]. Совместное легирование стали азотом и углеродом усиливает металлический характер межатомных связей, в результате чего сталь имеет одновременно хорошую пластичность и прочность [16].

В работе [17] показано влияние старения на прочностные свойства и пластичность сталей систем Fe–Cr–Mn и Fe–Cr–Mn–Ni, легированных азотом и углеродом. При легировании сталей углеродом старение при температурах 500–700 °С вызывает снижение пластичности, вязкости и коррозионной стойкости образцов из-за выделения карбидов Cr₂₃C₆. В отличие от углерода азот не образует с хромом соединений, аналогичных по кинетике зарождения и роста карбидам Cr₂₃C₆. В свою очередь, при температурах 700–1000 °С азот совместно с хромом формирует частицы Cr₂N. Выделяющиеся по прерывистому механизму нитриды Cr₂N так же, как и карбиды Cr₂₃C₆, оказывают отрицательное влияние на пластические свойства стали. Устранение отрицательного влияния фаз Cr₂N и Cr₂₃C₆ на механические свойства ВАС осуществляется при добавлении в сталь сильного карбидообразующего элемента, например ванадия [17; 18].

Ранее при нормальном давлении (без использования спецметаллургии) была получена немагнитная сталь Fe–22Cr–26Mn–1,3V–0,7C–1,2N с высоким содержанием азота и углерода (C+N=1,9 масс. %), которая обладала высокими прочностными свойствами ($\sigma_{0,2}$ =810 МПа, σ_b =1320 МПа) и удовлетворительной пластичностью δ =15 % [19]. Влияние высокотемпературных отжигов

на структуру и свойства ванадийсодержащей стали со сверхвысоким содержанием азота и углерода практически не изучено.

Цель работы – выявление эволюции фазового состава, микроструктуры и механических свойств ванадийсодержащей стали Fe–22Cr–26Mn–1,3V–0,7C–1,2V с высокой концентрацией атомов внедрения N+C=1,9 масс. % при старении по разным режимам.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве объекта исследования была выбрана ванадийсодержащая высокоазотистая сталь. Химический состав стали определен с помощью спектрометров HG-Profilер и LECO ONH и представлен в таблице 1.

Стальные заготовки прокатывали при температуре 1050 °С с последующим охлаждением на воздухе. Для получения аустенитного состояния заготовки нагревали до 1200 °С, затем выдерживали в течение 1 ч и закаливали в воду комнатной температуры. Из заготовок вырезали образцы в форме двойных лопаток с размерами рабочей части 1,25×3×16 мм. Старение закаленных образцов при температурах 600 и 700 °С в течение 0,5 и 5 ч выполняли в среде гелия с использованием электропечи СУОЛ 0,16/11.

Закаленные и состаренные образцы подвергали стандартной металлографической обработке: механической шлифовке на абразивной бумаге и электролитической полировке в пересыщенном растворе ангидрида хрома в ортофосфорной кислоте (25 г CrO₃ + 210 мл H₃PO₄) при напряжении U=15–18 В, температура электролита комнатная.

Рентгеноструктурный и рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре ДРОН-7 с использованием Co K α излучения в интервале углов дифракции 2θ =40–75°. Идентификацию и определение количественного содержания фаз осуществляли с помощью программного обеспечения PowderCell 2.4.

Фольги для электронно-микроскопических исследований утоняли струйной полировкой в приборе 110 Twin Jet Electropolisher (Fischione). Электронно-микроскопические исследования проводили с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Для визуализации распределения химических элементов в структуре образцов использовали результаты, полученные с применением энергодисперсионного спектрометра (ЭДС).

Механические свойства стальных образцов изучали методом одноосного растяжения с начальной скоростью деформации 5×10^{-4} с⁻¹. Растяжение проводили при комнатной температуре на установке LFM 125 (Walter+Bai AG).

Таблица 1. Химический состав исследуемой стали, масс. %
Table 1. Chemical composition of steel under the study, % wt.

Сталь	Cr	Mn	V	C	N	Ni	Fe	C/N
Fe-Cr-Mn-V-C-N	22	26	1,3	0,7	1,2	0,2	ост.	0,58

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Изменения фазового состава стали в зависимости от температуры и продолжительности старения

Рентгенограммы, полученные для закаленных и состаренных по разным режимам образцов стали Fe-22Cr-26Mn-1,3V-0,7C-1,2N, представлены на рис. 1.

В закаленном состоянии исследуемая сталь имеет аустенитную структуру Fe- γ_{N1} с карбонитридами (V,Cr)(N,C) и Cr₂(N,C) [19], но на рентгенограммах видны пики, соответствующие только аустенитной фазе. Аустенит Fe- γ_{N1} обогащен атомами внедрения (N,C), о чем свидетельствует высокое значение параметра кристаллической решетки $a=3,650 \text{ \AA}$ (таблица 2). Старение при $T=600 \text{ }^\circ\text{C}$ с продолжительностью 0,5 и 5 ч не приводит к значительному изменению вида рентгенограмм (рис. 1 а). Однако после вы-

держки 0,5 и 5 ч на рентгенограммах наблюдается незначительное уширение аустенитных линий и их смещение в сторону больших углов дифракции. Параметр решетки аустенита Fe- γ_{N1} при этом изменяется незначительно, в пределах ошибки измерения (таблица 2). При более высокой температуре старения ($T=700 \text{ }^\circ\text{C}$) на рентгенограммах появляются дополнительные пики, т. е. происходит изменение фазового состава стали. После выдержки в течение 0,5 ч на рентгенограмме отмечали уменьшение интенсивности и смещение аустенитных пиков Fe- γ_{N1} в сторону больших углов дифракции, появление пиков с межплоскостными расстояниями, соответствующими аустенитной фазе Fe- γ_{N2} с меньшим параметром кристаллической решетки, чем у аустенита Fe- γ_{N1} (таблица 2), и появление отражений, соответствующих фазам (V,Cr)(N,C) и Cr₂(N,C) (рис. 1 б).

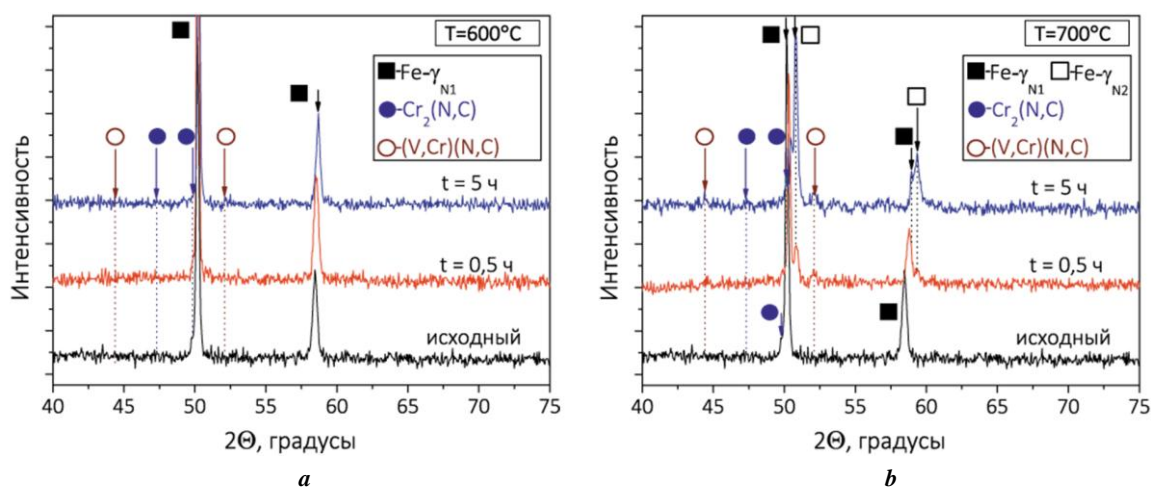


Рис. 1. Влияние старения при температурах 600 °C (а) и 700 °C (б) на вид рентгенограмм, полученных для образцов стали Fe-22Cr-26Mn-1,3V-0,7C-1,2N. Продолжительность старения указана на рисунках

Fig. 1. The influence of age-hardening at the temperatures of 600 °C (a) and 700 °C (b) on the view of the X-ray patterns obtained for the Fe-22Cr-26Mn-1.3V-0.7C-1.2N steel specimens. The age-hardening duration is indicated in figures

Таблица 2. Параметр кристаллической решетки аустенита и фазовый состав стали в зависимости от температуры и продолжительности старения

Table 2. Austenite crystal lattice parameter and phase composition of steel depending on age-hardening temperature and duration

Обработка	T, °C	t, ч	a, Å		Фазовый состав*
			Fe- γ_{N1}	Fe- γ_{N2}	
Закалка	—	—	3,650±0,005	—	Fe- γ_{N1} (ГЦК); (V,Cr)(N,C) (ГЦК); Cr ₂ (N,C) (ГПУ)
Старение	600	0,5	3,655±0,002	—	Fe- γ_{N1} (ГЦК); (V,Cr)(N,C) (ГЦК); Cr ₂ (N,C) (ГПУ)
		5	3,653±0,001	—	
	700	0,5	3,624±0,002	3,615±0,001	Fe- γ_{N1} (ГЦК); Fe- γ_{N2} (ГЦК); (V,Cr)(N,C) (ГЦК); Cr ₂ (N,C) (ГПУ)
		5	3,614±0,002	3,592±0,002	

*В скобках указан тип кристаллической решетки каждой фазы.

*The types of crystal lattice of each phase are indicated in brackets.

После более длительной выдержки (5 ч) на рентгенограмме наблюдали увеличение интенсивности рентгеновских линий, соответствующих фазам $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_2}$, $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$ и $\text{Cr}_2(\text{N,C})$, и уменьшение интенсивности линий аустенитной фазы $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$. Анализ рентгенограмм свидетельствует о том, что при увеличении продолжительности старения при температуре 700 °С также происходит уменьшение параметров решетки аустенитных фаз $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$ и $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_2}$ (таблица 2).

На рис. 2 представлены ПЭМ- и СЭМ-изображения микроструктуры образцов после закалки и старения по режимам 600 °С, 5 ч и 700 °С, 5 ч. В исходном состоянии сферические карбонитриды $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$ и $\text{Cr}_2(\text{N,C})$ равномерно распределены в объеме образца. Как показано на рис. 2 а, эти частицы обогащены ванадием и хромом. После старения по режиму $T=600$ °С, 5 ч происходит зарождение и рост ячеек прерывистого распада по границам аустенитных зерен $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$ (рис. 2 б). В результате прерывистого распада, у границ аустенитных зерен формируются карбонитриды хрома $\text{Cr}_2(\text{N,C})$ в аустенитной матрице (рис. 2 б). При более высокой температуре $T=700$ °С, как видно из рис. 2 с и 2 d, процессы прерывистого распада протекают активнее. Пластины карбонитрида $\text{Cr}_2(\text{N,C})$ в процессе роста либо тормозятся у крупных частиц $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$ и $\text{Cr}_2(\text{N,C})$, либо огибают их, но постепенно реакция прерывистого выделения фаз распространяется в аустенитные зерна.

Изменения механических свойств стали в зависимости от температуры и продолжительности старения

На рис. 3 а и 3 б представлены инженерные кривые нагружения, полученные для образцов стали $\text{Fe-22Cr-26Mn-1,3V-0,7C-1,2N}$ в закаленном и состаренных состояниях. Независимо от температуры и продолжительности старения значения условного предела текучести растут, а удлинение, наоборот, снижается (рис. 3 с). После закалки исследуемая сталь обладает высоким пределом текучести ($\sigma_{0,2}=810$ МПа, $\delta=15$ %), а после старения при температуре $T=700$ °С в течение 0,5 ч его значение возрастает на 200 МПа (δ уменьшается до 6 %). После выдержки образцов в течение 5 ч при температурах 600 и 700 °С значения условного предела достигают 1010 МПа и 1120 МПа соответственно, а величины удлинения δ имеют критически низкие значения – 8 и 1 % соответственно.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Старение образцов стали $\text{Fe-22Cr-26Mn-1,3V-0,7C-1,2N}$ при температуре 600 °С с продолжительностью выдержки 0,5 и 5 ч не приводит к значительным изменениям их фазового состава согласно данным рентгенофазового анализа (рис. 1 а). Однако при анализе микроструктуры образцов, состаренных по режиму $T=600$ °С, 5 ч, с использованием метода ПЭМ по границам аустенитных зерен наблюдали ячейки прерывистого распада. Пересыщенный атомами внедрения (N,C) аустенит $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$ претерпевает распад с образованием карбонитрида $\text{Cr}_2(\text{N,C})$ и аустенита $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_2}$, обедненного по азоту и углероду [20]. В работе [18] автор отметил, что в сталях Fe-Cr-Mn-N ($>0,3$ масс. % N) распад пересыщенного азотом аустенита $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$ протекает в темпе-

ратурном интервале 700–1000 °С. Активация реакции прерывистого распада аустенита $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$ в исследуемой стали при более низкой температуре $T=600$ °С объясняется тем, что эффект дисперсионного твердения в сталях с высокой концентрацией азота и углерода проявляется сильнее, чем в высокоазотистых сталях [21]. Распространению реакции прерывистого распада (движению фронта) препятствуют крупные частицы $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$ и $\text{Cr}_2(\text{N,C})$, образованные после закалки, но они не способны подавить этот процесс [17]. После старения по режиму $T=600$ °С, 0,5 ч изменения в фазовом составе не были отмечены, однако прочность и пластичность стали увеличиваются, что связано, вероятно, с формированием предвыделений карбонитридных фаз или упорядочением [22; 23]. Старение по режиму $T=600$ °С, 5 ч приводит к увеличению условного предела текучести и снижению пластичности стали вследствие выделения фазы $\text{Cr}_2(\text{N,C})$ по границам аустенитных зерен.

После старения по режиму $T=700$ °С, 0,5 ч на рентгенограмме прослеживается появление самостоятельных линий аустенита $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_2}$, обедненного по атомам внедрения (N,C), и значительное увеличение интенсивности линий $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$. Рост интенсивности пиков, соответствующих фазам $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_2}$ и $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$, указывает на значительное увеличение их объемного содержания в стали. Помимо этого, параметр решетки аустенита $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$, не претерпевшего прерывистый распад, уменьшается на $\Delta a=0,03$ Å. Детальный анализ ПЭМ-изображений (не приведены в данной работе) показал, что аустенитные зерна $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$, не «захваченные» реакцией прерывистого распада, имеют крапчатый контраст, а на соответствующих им дифракционных картинах наблюдалось радиальное размытие аустенитных рефлексов. Таким образом, результаты рентгеноструктурного анализа и ПЭМ-исследования указывают на то, что частицы $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$ выделяются в нераспавшихся аустенитных зернах $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_1}$. С увеличением продолжительности выдержки до 5 ч при 700 °С интенсивность линий, соответствующих фазам $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_2}$ и $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$, растет, что указывает на увеличение объема превращенного материала. При сопоставлении ПЭМ-изображений для образцов стали после старения при $T=700$ °С с продолжительностью 0,5 и 5 ч прослеживается движение фронтов реакции прерывистого распада и образования колоний $\text{Fe-}\gamma_{\text{N}_2}$ - $\text{Cr}_2(\text{N,C})$ в большинстве зерен. Частицы $(\text{V,Cr})(\text{N,C})$, выделяющиеся в теле аустенитных зерен в результате старения, тормозят движение фронтов прерывистого распада, и реакция прерывистого выделения фаз не распространяется на такие аустенитные зерна. При увеличении продолжительности выдержки от 0,5 до 5 ч при температуре старения 700 °С значительно увеличивается значение условного предела текучести и уменьшается относительное удлинение стали в результате дисперсионного твердения и образования хрупких карбонитридных фаз в теле зерен.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Старение ванадийсодержащей стали $\text{Fe-22Cr-26Mn-1,3V-0,7C-1,2V}$ со сверхвысоким содержанием атомов внедрения ($\text{C+N}=1,9$ масс. %) при температурах 600 и 700 °С приводит к изменению ее фазового состава.

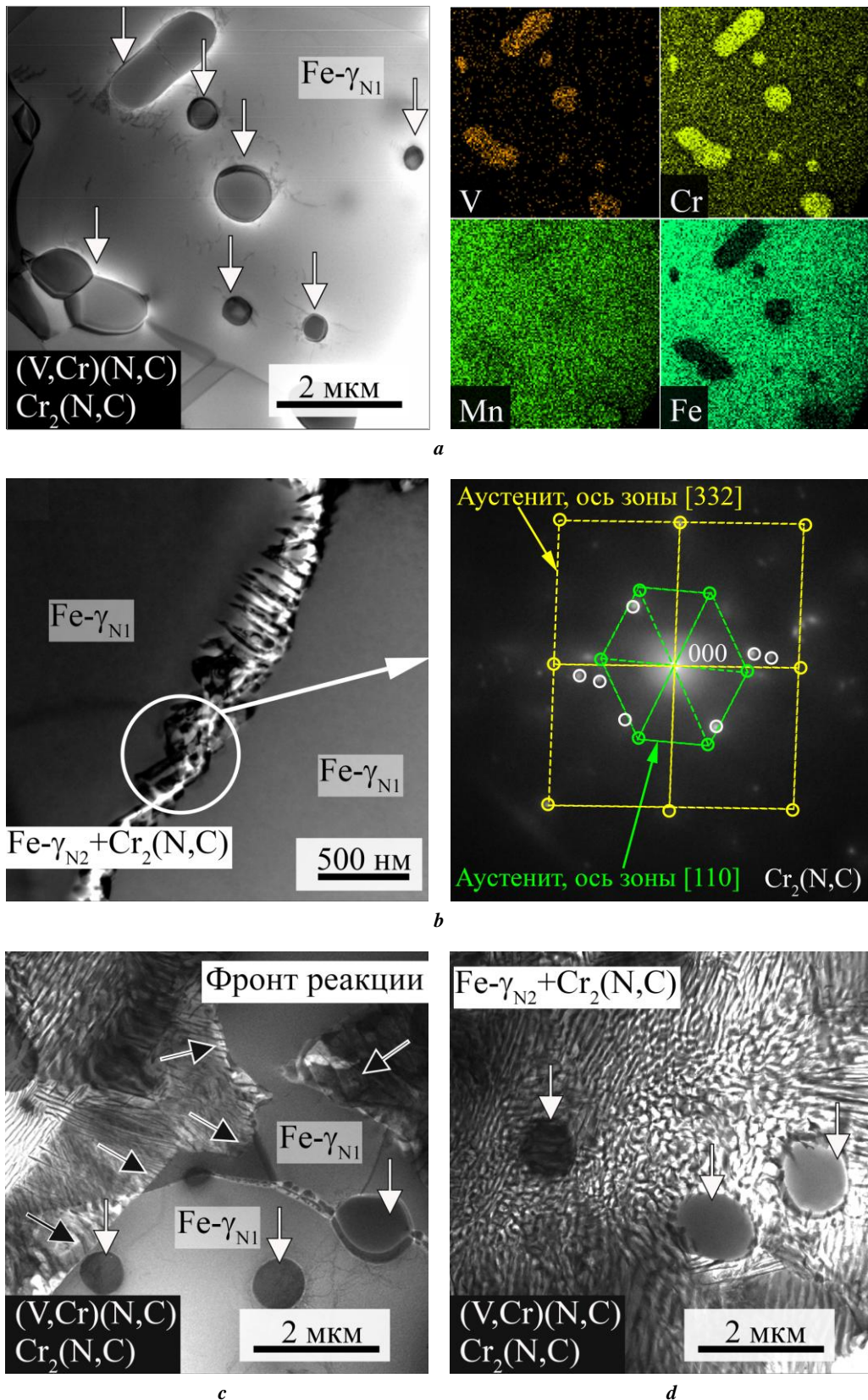


Рис. 2. ПЭМ-изображения микроструктуры стали $Fe-22Cr-26Mn-1,3V-0,7C-1,2N$ после закалки и старения: **a** – закаленное состояние; **b** – старение по режиму $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 ч; **c**, **d** – старение по режиму $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 ч.

Изображения (a, b, c, d) получены в режиме сканирующей ПЭМ

Fig. 2. TEM-image of $Fe-22Cr-26Mn-1.3V-0.7C-1.2N$ steel microstructure after quenching and age-hardening: **a** – hardened condition; **b** – age-hardening under the mode of $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 h; **c**, **d** – age-hardening under the mode of $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 h.

The images (a, b, c, d) are obtained in the mode of scanning TEM

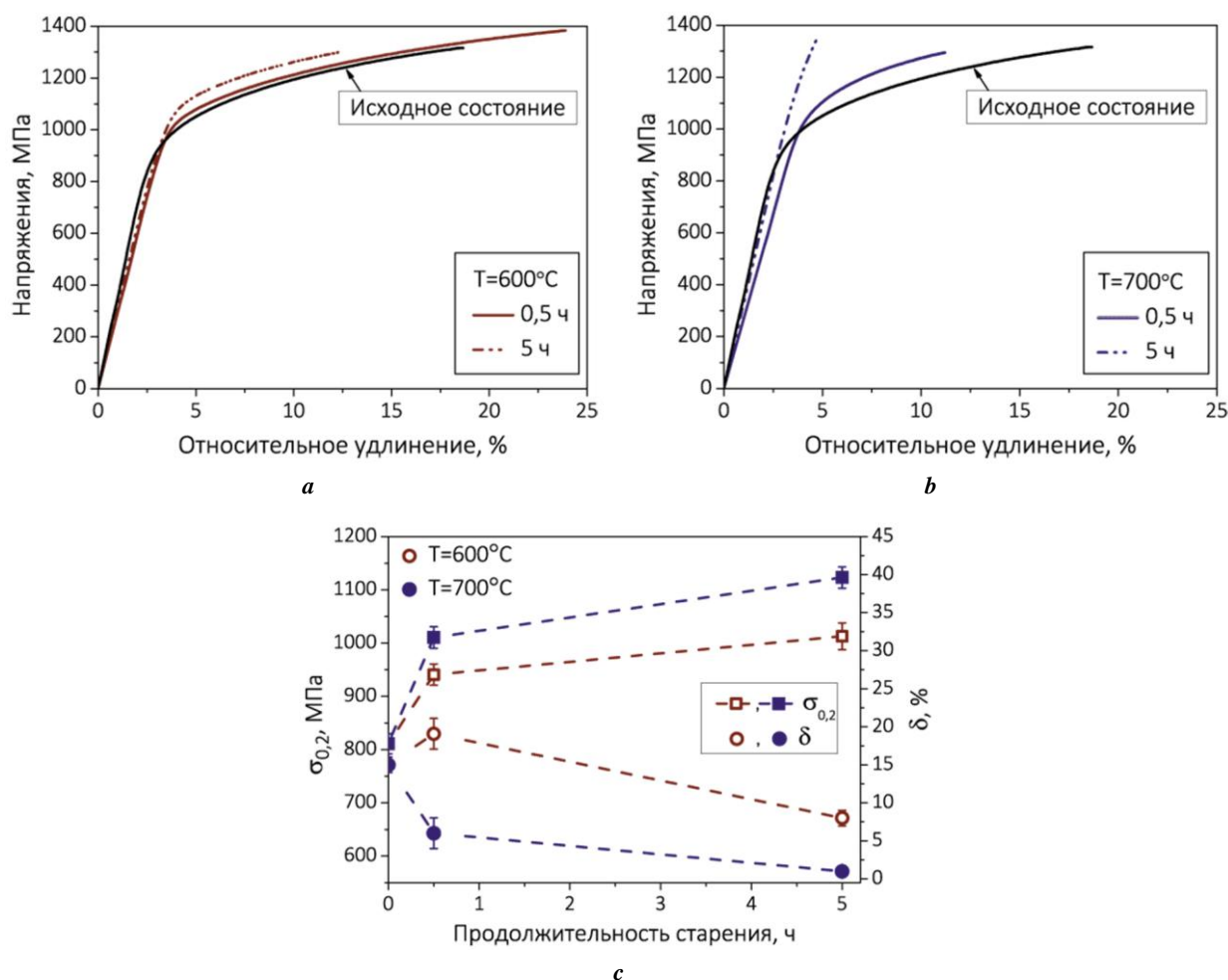


Рис. 3. Влияние температуры и продолжительности старения на механические свойства стали Fe-22Cr-26Mn-1.3V-0.7C-1.2N: **a, b** – инженерные кривые течения;

c – зависимость условного предела текучести и удлинения от режима старения

Fig. 3. The influence of age-hardening temperature and duration on the mechanical properties of Fe-22Cr-26Mn-1.3V-0.7C-1.2N steel:

a, b – engineering flow curves;

c – the dependence of ultimate yield strength and elongation on the age-hardening mode

В процессе старения при температуре $T=600^{\circ}\text{C}$, 5 ч аустенит $\gamma_{\text{NI}}\text{-Fe}$, обогащенный по азоту и углероду ($a=3,650 \text{ \AA}$), претерпевает прерывистый распад с образованием фаз. После старения при $T=700^{\circ}\text{C}$, 0,5 ч помимо прерывистого распада аустенита $\gamma_{\text{NI}}\text{-Fe}$ наблюдали непрерывное (гомогенное) выделение карбонитридов (V,Cr)(N,C) в аустенитных зернах. С увеличением продолжительности выдержки (5 ч) при $T=700^{\circ}\text{C}$ растет объем превращенного материала. Фронт реакции прерывистого распада, встречаясь с не растворившимися после закалки частицами (V,Cr)(N,C) и $\text{Cr}_2(\text{N,C})$, либо тормозится, либо обгибает их, но постепенно реакция прерывистого распада распространяется на весь объем зерен. При этом формирование дисперсных частиц (V,Cr)(N,C) во время старения подавляет прерывистый распад в части аустенитных зерен.

Изменение фазового состава сопровождается изменением механических свойств стали. Старение по режимам 600°C , 5 ч, 700°C , 0,5 ч и 700°C , 5 ч приводит к значительному росту условного предела текучести $\sigma_{0,2}$ и уменьшению удлинения δ стальных образцов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Сагарадзе В.В., Уваров А.И. Упрочнение и свойства аустенитных сталей. Екатеринбург: РИО УрО РАН, 2013. 720 с.
- Gavriljuk V.G., Berns H. High nitrogen steels: structure, properties, manufacture, applications. Berlin: Springer Science & Business Media, 1999. 378 p.
- Bannykh O.A. Structural Features and Application Prospects for High-Nitrogen Austenitic Steels // Metal Science and Heat Treatment. 2019. Vol. 61. № 5-5. P. 287–294. DOI: [10.1007/s11041-019-00418-x](https://doi.org/10.1007/s11041-019-00418-x).
- Наркевич Н.А., Гальченко Н.К., Миронов Ю.П. Пластичность и сверхпластичность высокоазотистых хромомарганцевых сталей // Физическая мезомеханика. 2004. Т. 7. № 6. С. 79–83.
- Maznichevsky A.N., Sprikut R.V., Goikhenberg Y.N. Investigation of Nitrogen Containing Austenitic Stainless Steel // Materials Science Forum. 2020. Vol. 989 MSE. P. 152–159. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.989.152](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.989.152).

6. Наркевич Н.А., Шулепов И.А., Миронов Ю.П. Структура, механические и триботехнические свойства аустенитной азотистой стали после фрикционной обработки // *Физика металлов и металловедение*. 2017. Т. 118. № 4. С. 421–428. DOI: [10.7868/S0015323017020097](https://doi.org/10.7868/S0015323017020097).
7. Приданцев М.В., Талов Н.П., Левин Ф.Л. Высокопрочные аустенитные стали. М.: *Металлургия*, 1969. 247 с.
8. Мазничевский А.Н., Гойхенберг Ю.Н., Сприкут Р.В., Савушкина Е.С. Влияние азота на механические свойства и технологическую пластичность аустенитной стали // *Вестник Южно-Уральского государственного университета*. Серия: *Металлургия*. 2019. Vol. 19. № 2. P. 25–35.
9. Gavriljuk V.G., Berns H., Escher C., Glavatskaya N.I., Sozinov A., Petrov Yu.N. Grain boundary strengthening in austenitic nitrogen steels // *Materials Science and Engineering: A*. 1999. Vol. 271. № 1-2. P. 14–21. DOI: [10.1016/S0921-5093\(99\)00272-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00272-5).
10. Masumura T., Seto Y., Tsuchiyama T., Kimura K. Work-hardening mechanism in high-nitrogen austenitic stainless steel // *Materials Transactions*. 2020. Vol. 61. № 4. P. 678–684. DOI: [10.2320/matertrans.H-M2020804](https://doi.org/10.2320/matertrans.H-M2020804).
11. Чумляков Ю.И., Киреева И.В., Захарова Е.Г., Лузгина Н.В., Сехитоглу Х., Караман И. Деформационное упрочнение и разрушение монокристаллов аустенитных сталей с высокой концентрацией атомов внедрения // *Известия высших учебных заведений. Физика*. 2002. Т. 45. № 3. С. 61–72.
12. Свяжин А.Г., Капусткина Л.М. Азотистые и высокоазотистые стали. Промышленные технологии и свойства // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. 2019. Т. 62. № 3. С. 173–187. DOI: [10.17073/0368-0797-2019-3-173-187](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-3-173-187).
13. Rashev T.V., Eliseev A.V., Zhekova L.T., Boge P.V. High-nitrogen steel // *Steel in Translation*. 2019. Vol. 49. № 7. P. 433–439. DOI: [10.17073/0368-0797-2019-7-503-510](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-7-503-510).
14. Костина М.В., Ригина Л.Г. Азотосодержащие стали и способы их производства // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. 2020. Т. 63. № 8. С. 606–622. DOI: [10.17073/0368-0797-2020-8-606-622](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-8-606-622).
15. Shanina B.D., Gavriljuk V.G., Berns H., Schmalt F. Concept of a new high-strength austenitic stainless steel // *Steel research*. 2002. Vol. 73. № 3. P. 105–113. DOI: [10.1002/srin.200200181](https://doi.org/10.1002/srin.200200181).
16. Гаврилюк В.Г. Углерод, азот и водород в сталях: пластичность и хрупкость // *Известия высших учебных заведений. Черная металлургия*. 2015. Т. 58. № 10. С. 761–768. DOI: [10.17073/0368-0797-2015-10-761-768](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2015-10-761-768).
17. Блинов В.М. Прогресс в исследовании высокоазотистых сталей коррозионно-стойких стареющих немагнитных сталей с ванадием // *Металлы*. 2007. № 2. С. 44–54.
18. Lo K.H., Shek C.H., Lai J.K.L. Recent developments in stainless steels // *Materials Science and Engineering R: Reports*. 2009. Vol. 65. № 4-6. P. 39–104. DOI: [10.1016/j.mser.2009.03.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2009.03.001).
19. Astafurov S.V., Maier G.G., Tumbusova I.A., Melnikov E.V., Moskvina V.A., Panchenko M.Y., Smirnov A.I., Galchenko N.K., Astafurova E.G. The effect of solid-solution temperature on phase composition, tensile characteristics and fracture mechanism of V-containing CrMn-steels with high interstitial content C+N>1 mass. % // *Materials Science and Engineering: A*. 2020. Vol. 770. Article number 138534. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138534](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138534).
20. Михно А.С., Панченко М.Ю., Майер Г.Г., Москвина В.А., Мельников Е.В., Астафуров С.В., Астафурова Е.Г. Влияние механизма дисперсионного твердения на закономерности пластической деформации и разрушения ванадийсодержащей высокоазотистой аустенитной стали // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2020. № 2. С. 42–50. DOI: [10.18323/2073-5073-2020-2-42-50](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2020-2-42-50).
21. Банных О.А., Блинов В.М. Дисперсионно-твердеющие немагнитные ванадийсодержащие стали. М.: *Наука*, 1980. 190 с.
22. Kikuchi M., Kajihara M., Choi S.K. Cellular precipitation involving both substitutional and interstitial solutes: cellular precipitation of Cr₂N in Cr–Ni austenitic steels // *Materials Science and Engineering: A*. 1991. Vol 146. № 1-2. P. 131–150. DOI: [10.1016/0921-5093\(91\)90273-P](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90273-P).
23. Сагарадзе В.В., Гошицкий Б.Н., Волкова Е.Г., Воронин В.И., Бергер И.Ф., Уваров А.И. Изменение структуры и микронапряжений в аустенитной стали 40X4Г18Ф2 при карбидном старении // *Физика металлов и металловедение*. 2011. Т. 111. № 1. С. 82–92.

REFERENCES

1. Sagaradze V.V., Uvarov A.I. *Uprochnenie i svoystva austenitnykh staley* [Hardening and properties of austenitic steels]. Ekaterinburg, RIO UrO RAN Publ., 2013. 720 p.
2. Gavriljuk V.G., Berns H. *High nitrogen steels: structure, properties, manufacture, applications*. Berlin, Springer Science & Business Media Publ., 1999. 378 p.
3. Bannykh O.A. Structural Features and Application Prospects for High-Nitrogen Austenitic Steels. *Metal Science and Heat Treatment*, 2019, vol. 61, no. 5-5, pp. 287–294. DOI: [10.1007/s11041-019-00418-x](https://doi.org/10.1007/s11041-019-00418-x).
4. Narkevich N.A., Galchenko N.K., Mironov Yu.P. Plasticity and superplasticity of high-nitrogenous chrome-manganese steels. *Fizicheskaya mekhanika*, 2004, vol. 7, no. 6, pp. 79–83.
5. Maznichevsky A.N., Sprikut R.V., Goikhenberg Y.N. Investigation of Nitrogen Containing Austenitic Stainless Steel. *Materials Science Forum*, 2020, vol. 989 MSE, pp. 152–159. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.989.152](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.989.152).
6. Narkevich N.A., Mironov Y.P., Shulepov I.A. Structure, mechanical, and tribotechnical properties of an austenitic nitrogen steel after frictional treatment. *The Physics of Metals and Metallography*, 2017, vol. 118, no. 4, pp. 399–406. DOI: [10.1134/S0031918X17020090](https://doi.org/10.1134/S0031918X17020090).
7. Pridantsev M.V., Talov N.P., Levin F.L. *Vysokoprochnye austenitnye stali* [High-strength austenitic steels]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1969. 247 p.

8. Maznichenkiy A.N., Goykhenberg Yu.N., Sprikut R.V., Savushkina E.S. Influence of nitrogen on mechanical properties and technological plasticity of austenitic steel. *Vestnik Yuzhno-Uralskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Metallurgiya*, 2019, vol. 19, no. 2, pp. 25–35.
9. Gavriljuk V.G., Berns H., Escher C., Glavatskaya N.I., Sozinov A., Petrov Yu.N. Grain boundary strengthening in austenitic nitrogen steels. *Materials Science and Engineering: A*, 1999, vol. 271, no. 1-2, pp. 14–21. DOI: [10.1016/S0921-5093\(99\)00272-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00272-5).
10. Masumura T., Seto Y., Tsuchiyama T., Kimura K. Work-hardening mechanism in high-nitrogen austenitic stainless steel. *Materials Transactions*, 2020, vol. 61, no. 4, pp. 678–684. DOI: [10.2320/matertrans.H-M2020804](https://doi.org/10.2320/matertrans.H-M2020804).
11. Chumlyakov Yu.I., Kireeva I.V., Zakharova E.G., Luzginova N.V., Sekhitoglu Kh., Karaman I. Mechanical hardening and fracture of monocrystals of austenitic high-interstitial steels. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Fizika*, 2002, vol. 45, no. 3, pp. 61–72.
12. Svyazhin A.G., Kaputkina L.M. Nitrogen steels and high nitrogen steels. Industrial technologies and properties. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Chernaya metallurgiya*, 2019, vol. 62, no. 3, pp. 173–187. DOI: [10.17073/0368-0797-2019-3-173-187](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-3-173-187).
13. Rashev T.V., Eliseev A.V., Zhekova L.T., Boge P.V. High-nitrogen steel. *Steel in Translation*, 2019, vol. 49, no. 7, pp. 433–439. DOI: [10.17073/0368-0797-2019-7-503-510](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2019-7-503-510).
14. Kostina M.V., Rigina L.G. Nitrogen-containing steels and methods of their production. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Chernaya metallurgiya*, 2020, vol. 63, no. 8, pp. 606–622. DOI: [10.17073/0368-0797-2020-8-606-622](https://doi.org/10.17073/0368-0797-2020-8-606-622).
15. Shanina B.D., Gavriljuk V.G., Berns H., Schmalt F. Concept of a new high-strength austenitic stainless steel. *Steel research*, 2002, vol. 73, no. 3, pp. 105–113. DOI: [10.1002/srin.200200181](https://doi.org/10.1002/srin.200200181).
16. Gavriljuk V.G. Influence of interstitial carbon, nitrogen, and hydrogen on the plasticity and brittleness of steel. *Steel in Translation*, 2015, vol. 45, no. 10, pp. 747–753. DOI: [10.3103/S0967091215100046](https://doi.org/10.3103/S0967091215100046).
17. Blinov V.M. The progress in the research of high-nitrogen rust-resisting ageing nonmagnetic steels with vanadium. *Metally*, 2007, no. 2, pp. 44–54.
18. Lo K.H., Shek C.H., Lai J.K.L. Recent developments in stainless steels. *Materials Science and Engineering R: Reports*, 2009, vol. 65, no. 4-6, pp. 39–104. DOI: [10.1016/j.msere.2009.03.001](https://doi.org/10.1016/j.msere.2009.03.001).
19. Astafurov S.V., Maier G.G., Tumbusova I.A., Melnikov E.V., Moskvina V.A., Panchenko M.Y., Smirnov A.I., Galchenko N.K., Astafurova E.G. The effect of solid-solution temperature on phase composition, tensile characteristics and fracture mechanism of V-containing CrMn-steels with high interstitial content C+N>1 mass. %. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 770, article number 138534. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138534](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138534).
20. Mikhno A.S., Panchenko M.Yu., Mayer G.G., Moskvina V.A., Melnikov E.V., Astafurov S.V., Astafurova E.G. Effect of the precipitation hardening on regularities of plastic deformation and fracture mode of V-alloyed high nitrogen austenitic steel. *Vektor nauki Tolyatinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2020, no. 2, pp. 42–50. DOI: [10.18323/2073-5073-2020-2-42-50](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2020-2-42-50).
21. Bannykh O.A., Blinov V.M. *Dispersionno-tverdeyushchie nemagnitnye vandiysoderzhashchie stali* [Age-hardened nonmagnetic vanadium-containing steels]. Moscow, Nauka Publ., 1980. 190 p.
22. Kikuchi M., Kajihara M., Choi S.K. Cellular precipitation involving both substitutional and interstitial solutes: cellular precipitation of Cr₂N in Cr–Ni austenitic steels. *Materials Science and Engineering: A*, 1991, vol. 146, no. 1-2, pp. 131–150. DOI: [10.1016/0921-5093\(91\)90273-P](https://doi.org/10.1016/0921-5093(91)90273-P).
23. Sagaradze V.V., Goshchitskii B.N., Volkova E.G., Voronin V.I., Berger I.F., Uvarov A.I. Evolution of the microstructure and microstresses in the 40KH4G18F2 steel upon carbide aging. *The Physics of Metals and Metallography*, 2011, vol. 111, № 1, pp. 80–90.

The influence of aging on phase composition and mechanical properties of vanadium-alloyed high-nitrogen steel

© 2022

Irina A. Tumbusova*^{1,2,3}, engineer, studentGalina G. Maier^{1,4}, PhD (Physics and Mathematics),

researcher of Laboratory of Physics of Structural Transformations

¹Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Tomsk (Russia)²Tomsk Polytechnic University, Tomsk (Russia)*E-mail: tumbusova031098@mail.ru³ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6793-4324>⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3043-9754>

Received 19.07.2021

Accepted 14.02.2022

Abstract: Complex solid solution hardening of austenitic chrome-manganese steels by nitrogen and carbon is one of the most effective ways of production of high-nitrogen austenitic steels (HNS) without using special casting methods. To enhance the solubility of interstitials in the metal liquid state and suppress undesired secondary phases of Cr₂N and Cr₂₃C₆, the carbide-forming elements (for instance, vanadium) are added to the HNS composition. By now, there are no experimental works on the age-hardening of ultrahigh-interstitial vanadium steels (more than 1 % wt.). In the present work, the authors used the X-ray structure analysis method, electron microscopy, and the uniaxial static tensile tests to study the effect of temperature (600 °C and 700 °C) and duration (0.5 h, 5 h) of age-hardening on the structure and mechanical

properties of ultrahigh-interstitial vanadium-containing Cr–Mn steel (Fe–22Cr–26Mn–1.3V–0.7C–1.2N, N+C=1.9 % wt.). The experiments demonstrated that due to the complex decomposition (by intermittent and continuous mechanisms) of austenite saturated by interstitials, the aging at 600 °C and 700 °C is accompanied by a solid-solution hardening of the austenitic phase by carbonitrides Cr₂(N, C) and (V,Cr)(N,C). The study identified that the increased temperature and prolongation of age-hardening stimulate the movement of intermittent decomposition front from the boundaries to the center of austenitic grains. (V,Cr)(N,C) particles formed by the continuous decomposition in the austenitic grains hinder the propagation of the reaction front, meanwhile, the large spherical (V,Cr)(N,C) and Cr₂(N,C) particles, not dissolved after quenching, have little effect on its movement. At the chosen age-hardening modes, the yield strength of steel increases, and the fracture elongation decreases.

Keywords: Fe–22Cr–26Mn–1.3V–0.7C–1.2N steel; age-hardening; carbonitrides; solid-solution hardening; intermittent decomposition; ultimate yield strength; ductility.

Acknowledgements: The paper was supported by the Russian Foundation of Fundamental Research and the Tomsk Region Administration (Project No. 18-48-700042_r_a).

The research was carried out on the equipment of the Core Facility Centre “Nanotech” of ISPMS SB RAS.

The authors express their gratitude to Doctor of Sciences (Physics and Mathematics) E.G. Astafurova, PhD (Physics and Mathematics) S.V. Astafurov, V.A. Moskvina, M.Yu. Panchenko. K.A. Reunova, E.V. Melnikov for their help in conducting the research.

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Tumbusova I.A., Maier G.G. The influence of aging on phase composition and mechanical properties of vanadium-alloyed high-nitrogen steel. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 82–90. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-82-90.

Анализ изменения микротвердости, скорости ползучести и морфологии поверхности разрушения титана VT1-0, деформируемого в условиях действия постоянного магнитного поля 0,3 Тл

© 2022

Шляров Виталий Владиславович^{*1}, аспирант
кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля
*Загуляев Дмитрий Валерьевич*², кандидат технических наук, доцент,
доцент кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля
*Серебрякова Анна Александровна*³, аспирант
кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля
Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк (Россия)

*E-mail: shlyarov@mail.ru

¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8130-648X>

²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9859-8949>

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3979-7777>

Поступила в редакцию 14.07.2021

Принята к публикации 11.03.2022

Аннотация: В настоящее время перспективным направлением исследований является изучение поведения технологических и физических характеристик материалов в условиях внешних энергетических воздействий, в частности постоянных магнитных полей. Это связано с возникновением многофакторных научных и производственных проблем, появляющихся с внедрением в производство высоких технологий. Одно из направлений – создание новых приборов, устройств и машин, которые так или иначе формируют вокруг себя электромагнитные поля. Поэтому комплексный подход к изучению влияния магнитопольевых воздействий на деформационные характеристики металлов и сплавов способствует более глубокому пониманию физической природы указанного воздействия. Для исследований в качестве объекта был выбран технически чистый титан марки VT1-0. Работа направлена на изучение влияния постоянного магнитного поля 0,3 Тл на микротвердость, скорость ползучести и поверхность разрушения титана. Результаты показали, что под воздействием постоянного магнитного поля 0,3 Тл происходит снижение относительного значения микротвердости титана марки VT1-0 на 2–5 % с последующей релаксацией до исходного значения. Скорость ползучести титана увеличивается на ≈ 31 % при применении поля с индукцией 0,3 Тл в процессе испытания (без применения поля скорость ползучести составляет 2,4 %/ч, в магнитном поле – 3 %/ч). Анализ поверхности разрушения методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) показал, что образцы титана испытывают вязкий излом. Поверхность излома характеризуется многочисленными равноосными ямками разрушения. Стоит отметить, что ямки с участками вытяжки присутствуют преимущественно на образцах, разрушенных в условиях ползучести в постоянном магнитном поле 0,3 Тл.

Ключевые слова: технический чистый титан; VT1-0; постоянное магнитное поле; индукция 0,3 Тл; микротвердость; скорость ползучести; фрактография поверхности разрушения; равноосные ямки разрушения; волокнистая зона.

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 21-79-00118). Статья подготовлена по материалам докладов участников X Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2021), Тольятти, 13–17 сентября 2021 года.

Для цитирования: Шляров В.В., Загуляев Д.В., Серебрякова А.А. Анализ изменения микротвердости, скорости ползучести и морфологии поверхности разрушения титана VT1-0, деформируемого в условиях действия постоянного магнитного поля 0,3 Тл // *Frontier Materials and Technologies*. 2022. № 1. С. 91–100. DOI: 10.18323/2782-4039-2022-1-91-100.

ВВЕДЕНИЕ

Обработка с помощью электромагнитного поля позволяет создавать материалы с новыми функциональными возможностями. Использование внешних электрических и магнитных полей предоставляет дополнительную степень свободы для синтеза материалов, адаптации микроструктур и их свойств за счет ускорения или замедления реакций химического взаимодействия, стабилизации метастабильных фаз, независимого контроля роста зерен и возможности изготовления продукции с высокими скоростями деформации при пониженных напряжениях и температурах [1–3]. Известно,

что под влиянием постоянного магнитного поля могут изменяться деформационные характеристики ряда ионных, ионно-ковалентных, ковалентных, молекулярных и металлических твердых тел [4–6].

Значительный практический интерес представляют эффекты, связанные с остаточными изменениями, вызванными магнитными полями. Исследования влияния индукции магнитного поля на структуру, плотность дислокаций, размер зерен, растяжение и микротвердость титанового сплава TC4 показали, что магнитное поле влияет на дефектную структуру сплава и приводит к увеличению микротвердости на 8 % и среднего удлинения при разрыве на 31 % [7; 8]. Схожие эффекты

влияния поля были получены на сплаве ВТЗ-1: установлено, что применение постоянных и импульсных магнитных полей различной напряженности приводит к увеличению пластичности материала [9]. Изменение деформационных характеристик связывают с возникающими в материалах магнитоэластическими эффектами (МПЭ), которые были обнаружены в эпоху Советского Союза на кристаллах NaCl. С тех пор было собрано большое количество экспериментальных результатов и физических моделей. Недавние исследования на кристаллах NaCl показали, что применение магнитного поля приводит к увеличению глубины релаксации и значительному разупрочнению кристаллов [10]. Установлено, что данное явление происходит в результате спин-зависимых переходов в системе «точечный дефект – ядро дислокации» с последующим движением дислокаций в поле дальнедействующих внутренних напряжений в кристалле. Данный процесс может неконтролируемо протекать в ответственных элементах конструкций и устройств, приводя к разрушению, при наложении магнитного поля и иных слабых фоновых радиочастотных полей [11; 12]. В целом МПЭ обнаруживается при индукции магнитного поля 0,1–10 Тл вблизи комнатной температуры и выше и сопровождается изменением характеристик пластичности до нескольких десятков и сотен процентов [13–15].

В работе [16] изучался процесс ползучести образцов алюминиевого сплава, предварительно выдержанных в постоянном магнитном поле 0,7 Тл в течение 30 мин при комнатной температуре и содержащих микровключения железа (Fe~0,4 вес. %). Исследования показали, что предварительное воздействие постоянного магнитного поля (0,7 Тл в течение 30 мин при комнатной температуре) способствует увеличению деформации алюминиевого сплава практически на всех стадиях ползучести. Полученные результаты измерения микротвердости показали значительную разницу в ее значениях для образцов, предварительно подвергнутых магнитной обработке (HV=310±30 МПа), и исходного образца (HV=420±30 МПа). Таким образом, авторы [16] установили, что постоянное магнитное поле приводит к увеличению абсолютной деформации алюминиевого сплава и к уменьшению значения микротвердости.

Исследовалось влияние постоянного магнитного поля 0,12 Тл на микроструктуру и механическое поведение сплава AlSi10Mg. Приведенные экспериментальные результаты показывают, что применение постоянного магнитного поля приводит к уменьшению как плотности пор, так и расстояния между ячеистыми дендритами для сплавов AlSi10Mg, изготовленных методом селективного лазерного плавления. Более того, приложенное магнитное поле благоприятным образом влияет как на прочность, так и на пластичность данных сплавов. В отличие от сплавов AlSi10Mg, полученных методом селективного лазерного плавления без магнитного поля, образцы сплавов, полученных в магнитном поле, имели более высокий предел прочности (420±10 МПа) и лучшее удлинение на 8,8 %. Улучшение механических свойств в основном связано с измельчением зерен и расстоянием между ячеистыми дендритами [17].

Изучено влияние магнитного поля ($\leq 0,3$ Тл) на распределение растворенной меди и междендритное пере-

охлаждение в направленно кристаллизованных сплавах Al–4,5 мас. % Cu. Результаты показывают, что дендриты измельчаются, а результаты численного моделирования подтверждают, что магнитное поле формирует термоэлектрическую магнитную конвекцию, приводящую к обогащению меди границы раздела «жидкость / твердое тело». Наблюдается утончение стенок дендритов из-за междендритного структурного переохлаждения, вызванного увеличением концентрации растворенной меди [18].

Коллектив авторов под руководством J. Cui исследовал влияние магнитного поля на структуру и микротвердость магниевое сплава AZ91 в процессе полупрерывного литья. Результаты показали, что применение магнитного поля приводит к увеличению источников зародышеобразования и, как следствие, измельчению микроструктуры. Эти изменения сказались на микротвердости: при воздействии переменным магнитным полем с частотой 70 Гц значение микротвердости составляет ~86 HV, с удалением в объем материала значение микротвердости сильно снижается, но все еще остается более высоким по сравнению с литой заготовкой, полученной без применения поля [19].

Показано, что переменное магнитное поле, приложенное в процессе старения сплава AA2219, способно сокращать время, необходимое для достижения максимальных значений твердости. Максимальное значение твердости алюминиевого сплава ~150 HV при стандартных условиях старения достигается за 18 ч, тогда как при наложении переменного магнитного поля на это уходит порядка 12 ч. Установлено, что в процессе старения в магнитном поле наблюдается незначительное увеличение предела текучести и предела прочности сплава [20].

Как показали предыдущие исследования нашей научной группы, магнитные поля в значительной степени влияют на деформационные характеристики и структуру меди и алюминия. Наблюдаются как деградация, так и увеличение прочностных характеристик исследуемых пара- и диамагнитных материалов [21–23].

Цель работы – изучение изменений микротвердости, скорости ползучести на установившейся стадии и морфологии поверхности разрушения технически чистого титана ВТ1-0 под действием постоянного магнитного поля 0,3 Тл.

ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе использовались образцы технически чистого титана марки ВТ1-0, который в соответствии с ГОСТ 19807-91 «Титан и сплавы титановые деформируемые» имеет следующий химический состав: Fe – до 0,25 %; C – до 0,07 %; Si – до 0,1 %; N – до 0,04 %; Ti – 99,24–99,7 %; O – до 0,2 %; H – до 0,01 %.

Микротвердость измерялась в соответствии со стандартом ГОСТ Р ИСО 6507-1-2007 «Металлы и сплавы. Измерение твердости по Виккерсу» с помощью микротвердомера HVS-1000 на образцах в форме параллелепипеда размерами 10×4×10 мм³. Перед измерениями проводили отжиг образцов при температуре 800 К в течение 2 ч с последующим охлаждением в печи, механически шлифовали и полировали их. Структуру материала выявляли при помощи химического раствора,

составленного на основе плавиковой и азотной кислот. Микротвердость анализировали по следующему сценарию:

1) определяли микротвердость исходного материала (без магнитного поля);

2) подготовленные образцы помещали в поле на определенное время (от 1 до 2 ч с шагом 0,25 ч) и сразу после экспозиции определяли микротвердость;

3) измеряли микротвердость через определенные интервалы времени, чтобы определить остаточный эффект влияния.

Для исследования процесса ползучести в постоянном магнитном поле была использована установка, разработанная учеными кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля (СибГИУ). Испытательная машина работает совместно с программным комплексом, предназначенным для записи данных удлинения образца от времени эксперимента, а также имеет возможность анализа стадий ползучести и аппроксимации кривых ползучести. Исследование процесса ползучести проводили на образцах проволоки с рабочей длиной 150 мм и диаметром 2 мм. Количеством эффектом влияния характеризовался относительным изменением скорости ползучести на установившейся стадии процесса и микротвердости технически чистого титана ВТ1-0, подсчет проводили в соответствии с зависимостями, представленными в работе [23].

Фрактографический анализ поверхности разрушения образцов титана ВТ1-0, разрушенных в условиях ползучести в постоянном магнитном поле 0,3 Тл, проводили методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на растровом электронном микроскопе TESCAN Vega SB.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Экспериментальные исследования влияния магнитного поля 0,3 Тл на микротвердость титана ВТ1-0 показали, что происходит снижение микротвердости с последующей ее стабилизацией до исходного значения. Характерные зависимости относительного изменения микротвердости от времени, прошедшего после обработки магнитным полем 0,3 Тл в течение разных временных интервалов (от 1 до 2 ч с шагом 0,25 ч), релаксационные кривые изменения микротвердости титана ВТ1-0 приведены на рис. 1.

Анализ начального влияния магнитного поля на микротвердость титана показывает, что увеличение времени выдержки в магнитном поле приводит к линейному снижению микротвердости (рис. 2).

Поскольку начальный эффект влияния магнитного поля на микротвердость различен для разного времени выдержки, интересно проанализировать зависимость времени, необходимого для стабилизации микротвердости, от времени воздействия. Такая зависимость приведена на рис. 3. Она подчиняется линейному закону и описывается уравнением

$$t = 4,4286 * t - 3,2143 .$$

Дальнейшие исследования были направлены на изучение процесса ползучести в постоянном магнитном поле 0,3 Тл. Типичные кривые ползучести титана ВТ1-0,

разрушенного в условиях постоянного магнитного поля 0,3 Тл и без него, представлены на рис. 4.

Анализ проводился на прямолинейном участке кривой, который подчиняется уравнению вида

$$y = kx + b ,$$

где k – угловой коэффициент, численно равный тангенсу угла наклона прямой (характеризует скорость ползучести);

b – числовой коэффициент.

Анализ кривых показал, что они содержат 3 стадии: логарифмическую, установившуюся и ускоренную. Такое поведение материала в условиях ползучести совпадает с общепринятыми представлениями о кинетике данного процесса чистых металлов [24]. Стоит отметить, что магнитное поле не влияет на величину деформации до разрушения, в среднем образцы титана ВТ1-0 в процессе ползучести растягиваются на 37–42 %. Однако время, необходимое для достижения одной и той же степени деформации, различно. Без применения магнитопольевых воздействий необходимо порядка 13,5 ч для разрушения образца титана в условиях ползучести, при наложении постоянного магнитного поля 0,3 Тл это время сокращается на 26 % и составляет порядка 10 ч. Стоит отметить, что на начальной (логарифмической) стадии ползучести действие магнитного поля не выражено.

Дифференцирование кривых ползучести по времени позволяет получить численное значение мгновенной скорости ползучести в различные периоды времени и построить зависимость мгновенной скорости от времени эксперимента (рис. 5).

Посредством программного комплекса экспериментальной установки было определено, что стадия установившейся ползучести, скорость на которой постоянна, начинается приблизительно через 1,67 ч после приложения испытательной нагрузки 212 МПа. Анализ дифференцированных зависимостей показывает, что скорость ползучести на установившейся стадии процесса для образцов, разрушенных без магнитного поля, составляет 2,4 %/ч (рис. 5 а). Наложение постоянного магнитного поля 0,3 Тл в процессе пластической деформации приводит к увеличению скорости ползучести до 3 %/ч (рис. 5 б). Таким образом, можно заключить, что применение магнитного поля способствует увеличению скорости ползучести на ≈ 31 %.

Результаты сканирующей электронной микроскопии показывают, что поверхность разрушения образцов характеризуется следующими зонами излома: волокнистая зона, радиальная зона и зона среза. Это означает, что разрушение происходило в условиях стабильного роста трещины [25]. На рис. 6 продемонстрированы фрактограммы поверхности излома образцов титана ВТ1-0, разрушенных в условиях ползучести.

Как видно из рис. 6, касательные напряжения, возникшие в результате вытяжки материала в процессе ползучести, вызывают значительную пластическую деформацию – удлинение и образование шейки (показано стрелками), предшествующую разрушению. Разрушение при растяжении начинается вблизи оси образца, перпендикулярной нагрузке, и распространяется по направлению к поверхности, заканчиваясь конической

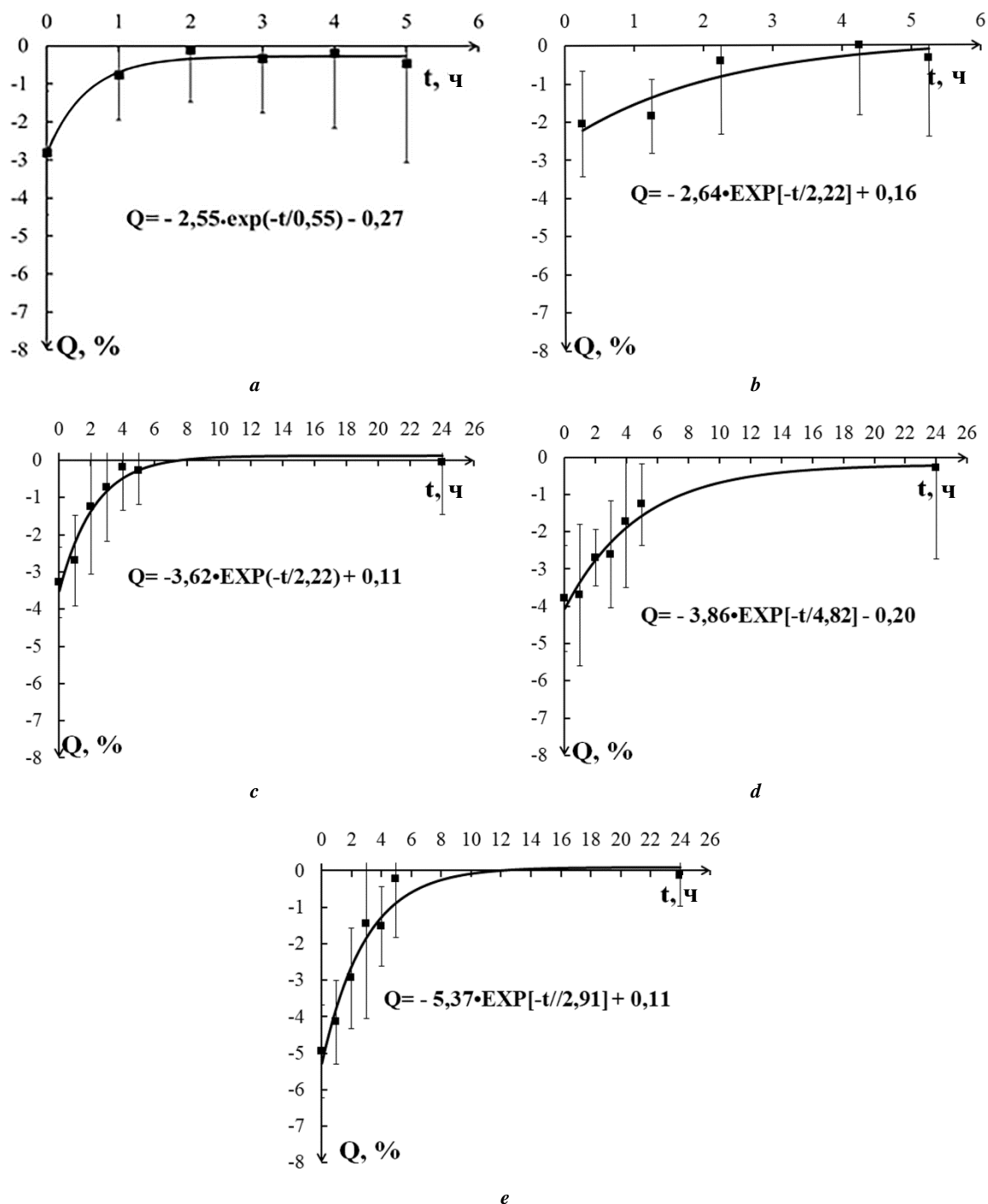


Рис. 1. Релаксационные зависимости относительного изменения микротвердости (Q) от времени, прошедшего после экспозиции образцов из поля. Обработка магнитным полем 0,3 Тл в течение 1 ч (а), 1,25 ч (б), 1,5 ч (с), 1,75 ч (д), 2 ч (е)
Fig. 1. Relaxation dependences of a relative change in microhardness (Q) on the time past from the samples' exposition out of the field. Treatment by the magnetic field of 0.3 T during 1 h (a), 1.25 h (b), 1.5 h (c), 1.75 h (d), 2 h (e)

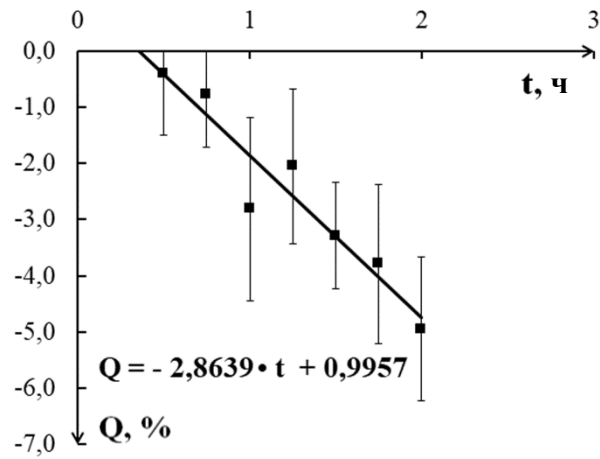


Рис. 2. Начальный эффект влияния магнитного поля 0,3 Тл на микротвердость титана
 Fig. 2. The initial effect of 0.3 T magnetic field influence on titanium microhardness

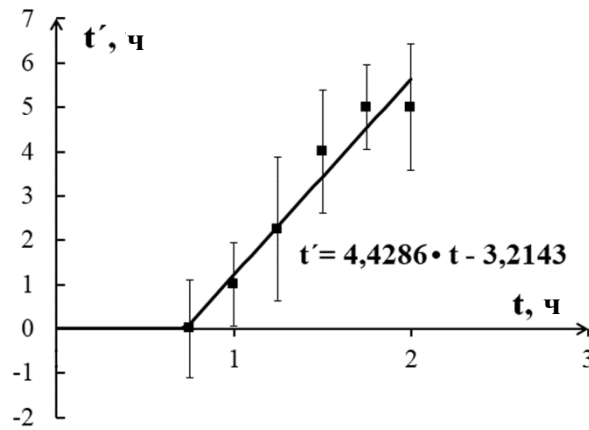


Рис. 3. Зависимость времени стабилизации значения микротвердости (t') от времени воздействия магнитным полем (t) 0,3 Тл
 Fig. 3. The dependence of microhardness value stabilization time (t') on the time of exposure of magnetic field of 0.3 T (t)

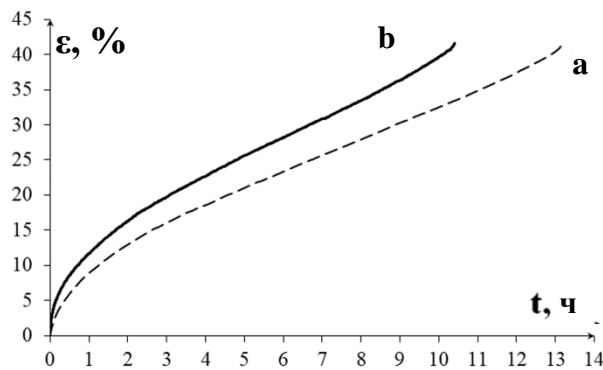


Рис. 4. Типичные кривые ползучести титана VT1-0:
 a – без магнитного воздействия; b – в постоянном магнитном поле 0,3 Тл
 Fig. 4. Typical creep curves of VT1-0 titanium:
 a – without magnetic action; b – in the constant magnetic field of 0.3 T

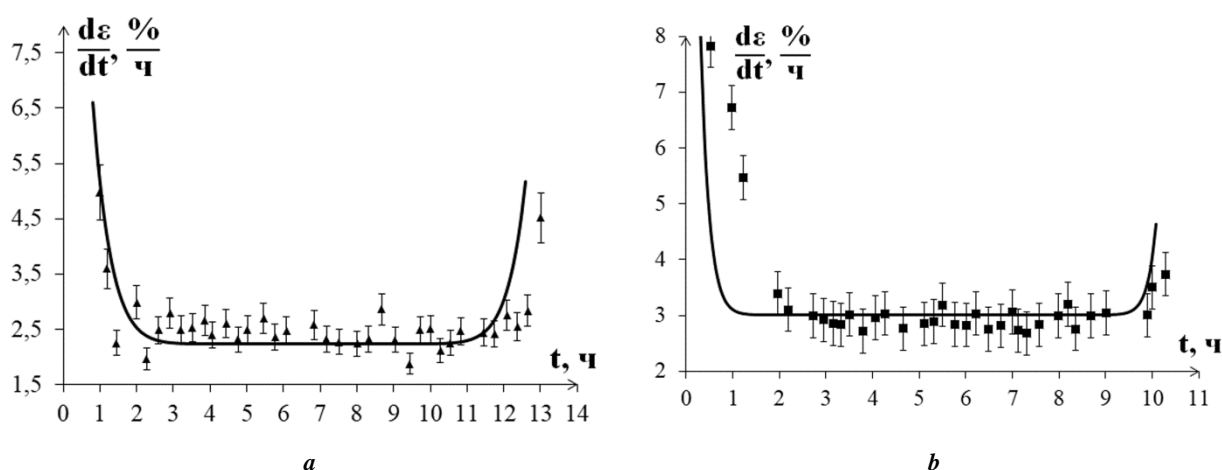


Рис. 5. Характерные зависимости мгновенной скорости ползучести титана от времени испытания:
a – без магнитного поля; *b* – в магнитном поле 0,3 Тл
Fig. 5. Typical dependences of titanium instantaneous creep rate on the testing time:
a – without a magnetic field; *b* – in a magnetic field of 0.3 T

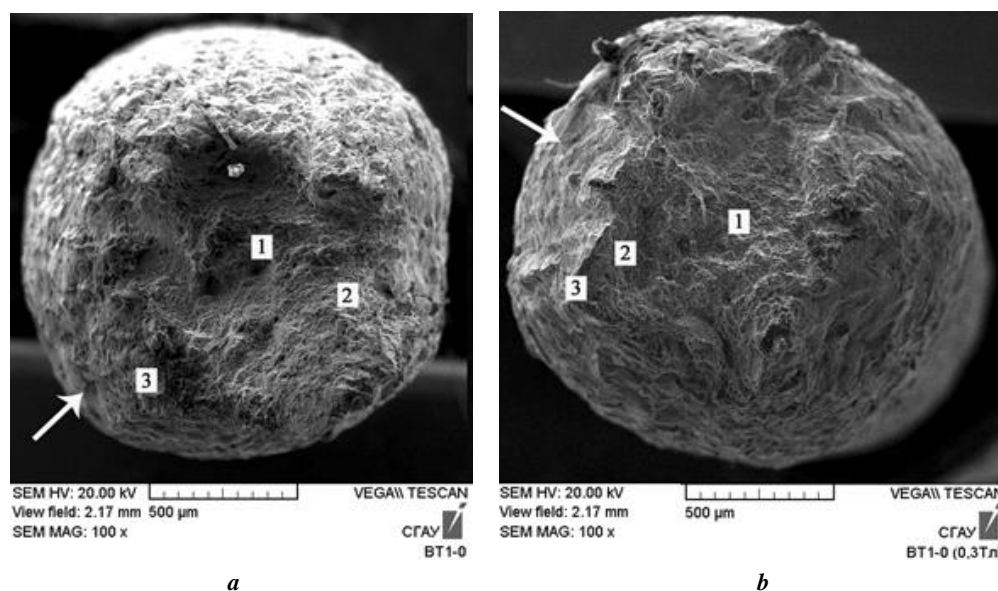


Рис. 6. Фрактограмма поверхности изломов титана VT1-0, разрушенного в условиях ползучести:
a – без применения магнитного поля; *b* – в постоянном поле с индукцией 0,3 Тл.
 1 – волокнистая зона; 2 – радиальная зона; 3 – зона среза
Fig. 6. Fractograph of VT1-0 titanium fracture surfaces fractured under the creeping conditions:
a – without applying a magnetic field; *b* – in a field with induction of 0.3 T.
 1 – fibrous area; 2 – radial area; 3 – shear area

зоной среза. Фрактографический анализ волокнистой зоны образцов титана марки VT1-0, разрушенных в условиях ползучести в постоянном магнитном поле и без него, представлено на рис. 7.

На фрактограмме (рис. 7) видно, что в структуре наблюдается большое количество преимущественно равноосных ямок. В данном случае ямки, образующиеся в результате разрушения, являются признаком вязкого разрушения материала. Непосредственно в ямках разрушения часто видны участки деформации в виде зон вытяжки (на рис. 7 указаны стрелками). Размер данных зон может зависеть от количества мест зарождения

микropор и относительной пластичности матрицы материала [26]. Следует отметить, что ямки разрушения с элементами вытяжки присутствуют преимущественно в образцах титана VT1-0, разрушенного в условиях ползучести в постоянном магнитном поле 0,3 Тл.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ зависимостей на рис. 1 показывает, что микротвердость титана VT1-0 после удаления из магнитного поля релаксирует до исходного значения по экспоненциальному закону. Следует отметить, что полная

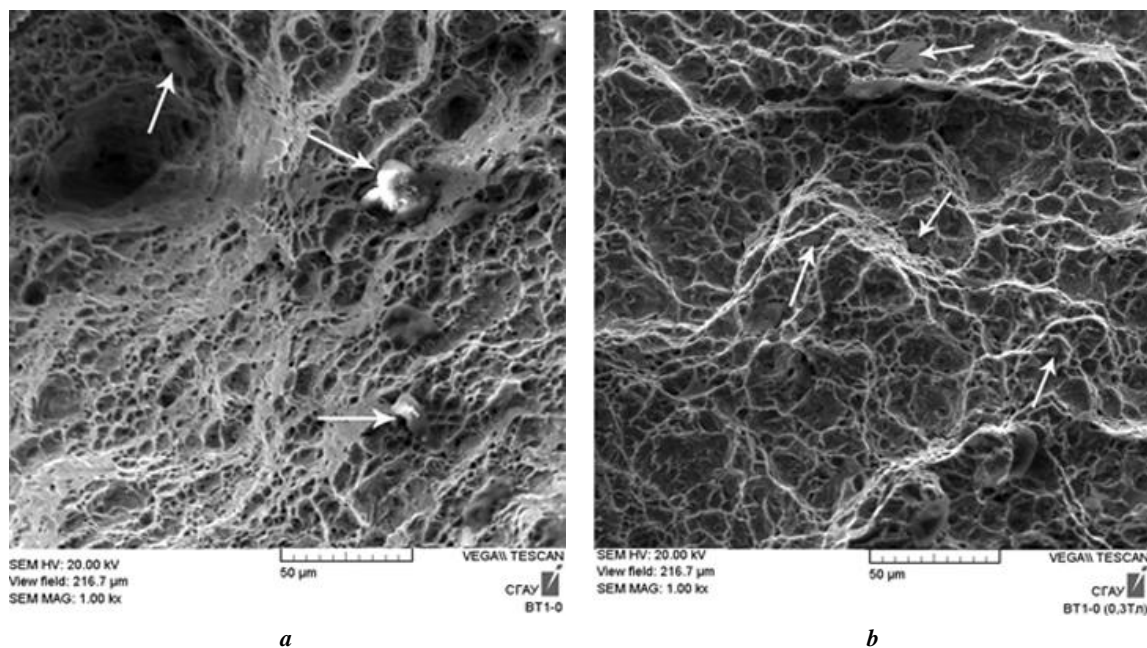


Рис. 7. Фрактограммы волокнистой зоны изломов титана VT1-0, разрушенного в условиях ползучести: **a** – без магнитного поля; **b** – при ползучести в магнитном поле 0,3 Тл.

Стрелками указаны участки вытяжки титана

Fig. 7. Fractographs of a fibrous area of VT1-0 titanium fractures fractured under the creeping conditions: **a** – without a magnetic field; **b** – when creeping in the magnetic field of 0.3 T.

Arrows indicate the titanium stretched areas

релаксация микротвердости происходит за время от 5 до 24 ч в зависимости от условий магнитной обработки. Установлено, что начальный эффект влияния магнитного поля на микротвердость титана является максимальным и наблюдается сразу после удаления образца из магнитного поля (рис. 2). Из зависимости (рис. 2) видно, что влияние магнитного поля 0,3 Тл на микротвердость не наблюдается при времени выдержки в поле менее 0,5 ч. При дальнейшем увеличении времени выдержки эффект линейно возрастает, что говорит о существовании порогового значения. Подобные результаты были получены в работе [27], где исследовалось открепление дислокаций от парамагнитных центров в монокристаллах алюминия. Насыщение магнитоупругого эффекта наступало при значениях магнитной индукции порядка 0,3–0,5 Тл. Таким образом, можно предположить, что изменение деформационных характеристик технически чистого титана VT1-0 связано с откреплением дислокаций (разупрочнением) от стопоров в постоянном магнитном поле. Релаксация микротвердости к исходному значению связана с уменьшением числа подвижных дислокаций, т. е. с их закреплением и, как следствие, увеличением микротвердости до исходной величины в отсутствие поля [28].

Фрактографические исследования не выявили принципиальных различий морфологии поверхности разрушения в экспериментах с наложением магнитного поля и без него. Однако испытания титана при наложении магнитного поля приводят к формированию в волокнистой зоне ямок разрушения с элементами вытяжки, причиной возникновения которой может служить отслоение материала по плоскости или вязкий скол.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В результате исследований деформационных характеристик и морфологии поверхности разрушения технически чистого титана VT1-0 установлено, что обработка постоянным магнитным полем 0,3 Тл приводит к уменьшению микротвердости на 2–5 % в зависимости от условий испытания. Приведена зависимость стабилизации значения микротвердости, которая показывает, что время, необходимое на релаксацию микротвердости до исходного значения, линейно зависит от времени выдержки в магнитном поле: чем больше время выдержки в магнитном поле, тем больший эффект его влияния и тем больше времени необходимо на восстановление. Установлено, что постоянное магнитное поле 0,3 Тл способствует увеличению скорости ползучести титана VT1-0 на установившейся стадии процесса, скорость на которой постоянна. Скорость ползучести титана увеличивается на 31 % при применении поля с индукцией 0,3 Тл в процессе испытания (без применения поля скорость ползучести составляет 2,4 %/ч, в магнитном поле – 3 %/ч). Фрактографический анализ поверхности разрушения образцов титана показал, что образцы титана испытывают вязкое разрушение, в структуре отмечается большое количество ямок, в которых наблюдаются элементы вытяжки материала. Однако стоит отметить, что зоны с элементами вытяжки преимущественно образуются в образцах, разрушенных в условиях ползучести в постоянном магнитном поле 0,3 Тл, что может свидетельствовать о высокой локальной пластичности материала. Таким образом, можно утверждать, что постоянное магнитное поле на количественном уровне способно изменять микротвердость

и скорость ползучести технически чистого титана ВТ1-0, при этом не внося существенных изменений в процессы формирования поверхности разрушения материала.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Моргунов Р.Б., Валеев Р.А., Скворцов А.А., Королев Д.В., Пискорский В.П., Куницына Е.И., Кучеряев В.В., Коплак О.В. Магнитоэластический и магнитомеханический эффекты в алюминиевых сплавах с магнитострикционными микровключениями // Труды ВИАМ. 2019. № 10. С. 3–13. DOI: [10.18577/2307-6046-2019-0-10-3-13](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2019-0-10-3-13).
2. Моргунов Р.Б. Спиновая микромеханика в физике пластичности // Успехи физических наук. 2004. Т. 174. № 2. С. 131–153. DOI: [10.3367/UFNr.0174.200402c.0131](https://doi.org/10.3367/UFNr.0174.200402c.0131).
3. Моргунов Р.Б., Пискорский В.П., Валеев Р.А., Королев Д.В. Термодинамический анализ магнитоэластических эффектов в «немагнитных» металлах // Труды ВИАМ. 2018. № 12. С. 79–87. DOI: [10.18577/2307-6046-2018-0-12-79-87](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2018-0-12-79-87).
4. Jafari M., Ansari R., Rouhi S. First-principle investigation of the elastic and plastic properties of the bismuthene: Effect of the external electric field // Superlattices and Microstructures. 2020. Vol. 140. Article number 106476. DOI: [10.1016/j.spmi.2020.106476](https://doi.org/10.1016/j.spmi.2020.106476).
5. Huang C., Shuai S., Wang P., Liu X., Wang J., Ren Z. The effect of static magnetic field on solid–liquid interfacial free energy of Al–Cu alloy system // Scripta Materialia. 2020. Vol. 187. P. 232–236. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2020.06.025](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.06.025).
6. Chen R., Kong H.J., Luan J.H., Wang A.D., Jiang P., Liu C.T. Effect of external applied magnetic field on microstructures and mechanical properties of laser welding joint of medium-Mn nanostructured steel // Materials Science and Engineering: A. 2020. Vol. 792. Article number 139787. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139787](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139787).
7. Li G.R., Wang F.F., Wang H.M., Cheng J.F. Microstructure and Mechanical Properties of TC4 Titanium Alloy Subjected to High Static Magnetic Field // Materials Science Forum. 2017. Vol. 898 MSF. P. 345–354. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.898.345](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.898.345).
8. Li G.R., Qin T., Fei A.G., Wang H.M., Zhao Y.T., Chen G., Kai X.Z. Performance and microstructure of TC4 titanium alloy subjected to deep cryogenic treatment and magnetic field // Journal of Alloys and Compounds. 2019. Vol. 802. P. 50–69. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.06.007](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.007).
9. Сейдаметов С.В., Лоскутов С.В. Влияние импульсной электромагнитной обработки на структурные перестройки сплава титана ВТ3-1 // Журнал физики и инженерии поверхности. 2016. Т. 1. № 1. С. 4–8.
10. Galustashvili M.V., Driaev D.G., Kvatchadze V.G. Magnetoelastic Effect under Stress Relaxation in NaCl Crystals // JETP Letters. 2019. Vol. 110. № 12. P. 785–788. DOI: [10.1134/S0021364019240044](https://doi.org/10.1134/S0021364019240044).
11. Alshits V.I., Darinskaya E.V., Koldaeva M.V., Petzhik E.A. Resonance magnetoplasticity in ultralow magnetic fields // JETP Letters. 2016. Vol. 104. № 5. P. 353–364. DOI: [10.1134/S0021364016170045](https://doi.org/10.1134/S0021364016170045).
12. Morgunov R.B., Buchachenko A.L. Magnetoplasticity and magnetic memory in diamagnetic solids // Journal of Experimental and Theoretical Physics. 2009. Vol. 109. № 3. P. 434–441. DOI: [10.1134/S1063776109090076](https://doi.org/10.1134/S1063776109090076).
13. Бучаченко А.Л. О влиянии магнитного поля на механику немагнитных кристаллов: происхождение магнитоэластического эффекта // Журнал экспериментальной и теоретической физики. 2006. Т. 129. № 5. С. 909–913.
14. Сугатов Е.В., Кузьмина Л.В., Газенаур Е.Г., Крашенинин В.И. Влияние концентрации примеси железа и свинца на магнитный порог магнитоэластического эффекта в кристаллах азида серебра // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2014. Т. 11. № 4-2. С. 610–613.
15. Alshits V.I., Darinskaya E.V., Koldaeva M.V., Petzhik E.A. Chapter 86 - Magnetoplastic Effect in Nonmagnetic Crystals // Dislocations in Solids. 2008. Vol. 14. P. 333–437. DOI: [10.1016/S1572-4859\(07\)00006-X](https://doi.org/10.1016/S1572-4859(07)00006-X).
16. Skvortsov A.A., Pshonkin D.E., Luk'yanov M.N., Rybakova M.R. Influence of permanent magnetic fields on creep and microhardness of iron-containing aluminum alloy // Journal of Materials Research and Technology. 2019. Vol. 8. № 3. P. 2481–2485. DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.02.002](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.02.002).
17. Du D., Haley J.C., Dong A., Fautrelle Y., Shu D., Zhu G., Li X., Sun B., Lavernia E.J. Influence of static magnetic field on microstructure and mechanical behavior of selective laser melted AlSi10Mg alloy // Materials and Design. 2019. Vol. 181. Article number 107923. DOI: [10.1016/j.matdes.2019.107923](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107923).
18. Zhu L., Han C., Hou L., Gagnoud A., Fautrelle Y., Ren Z., Li X. Influence of a static magnetic field on the distribution of solute Cu and interdendritic constitutional undercooling in directionally solidified Al-4.5wt.%Cu alloy // Materials Letters. 2019. Vol. 248. P. 73–77. DOI: [10.1016/j.matlet.2019.03.142](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.03.142).
19. Guo S., Cui J., Le Q., Zhao Z. The effect of alternating magnetic field on the process of semi-continuous casting for AZ91 billets // Materials Letters. 2005. Vol. 59. № 14-15. P. 1841–1844. DOI: [10.1016/j.matlet.2005.01.076](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.01.076).
20. Liu Y.Z., Zhan L.H., Ma Q.Q., Ma Z.Y., Huang M.H. Effects of alternating magnetic field aged on microstructure and mechanical properties of AA2219 aluminum alloy // Journal of Alloys and Compounds. 2015. Vol. 647. P. 644–647. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.05.183](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.05.183).
21. Zagulyaev D.V., Konovalov S.V., Yaropolova N.G., Ivanov Y.F., Komissarova I.A., Gromov V.E., Effect of the magnetic field on the surface morphology of copper upon creep fracture // Journal of Surface Investigation. 2015. Vol. 9. № 2. P. 410–414. DOI: [10.1134/S1027451015010188](https://doi.org/10.1134/S1027451015010188).
22. Шляров В.В., Загуляев Д.В., Громов В.Е. Влияние магнитных полей на структуру и физико-механические свойства алюминия // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2018. № 1. С. 98–104. DOI: [10.18323/2073-5073-2018-1-98-104](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2018-1-98-104).
23. Zagulyaev D., Konovalov S., Shlyarov V., Chen X. Influence of constant magnetic field on plastic characteristics of paramagnetic metals // Materials Research Ex-

- press. 2019. Vol. 6. № 9. Article number 096523. DOI: [10.1088/2053-1591/ab2c8a](https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab2c8a).
24. Kassner M.E. *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*. 3rd ed. Amsterdam: Elsevier Ltd., 2015. 333 p. DOI: [10.1016/B978-0-08-047561-5.X0001-2](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-047561-5.X0001-2).
 25. Иванова В.С., Шанявский А.А. Количественная фрактография. Усталостное разрушение. Челябинск: Металлургия. Челябинское отделение, 1988. 399 с.
 26. Клевцов Г.В., Ботвина Л.Р., Клевцова Н.А., Лимарь Л.В. Фрактодиагностика разрушения металлических материалов и конструкций. М.: МИСиС, 2007. 264 с.
 27. Альшиц В.И., Даринская Е.В., Казакова О.Л. Магнитоэластический эффект и спин-решеточная релаксация в системе дислокация – парамагнитный центр // Письма в журнал экспериментальной и теоретической физики. 1996. Т. 64. № 8. С. 628–633.
 28. Головин Ю.И. Магнитоэластичность твердых тел // Физика твердого тела. 2004. Т. 46. № 5. С. 769–803.
- REFERENCES**
1. Morgunov R.B., Valeev R.A., Skvortsov A.A., Korolev D.V., Piskorskiy V.P., Kunitsyna E.I., Kucheryaev V.V., Koplak O.V. Magnetoplastic and magnetomechanic effects in aluminum alloys with magnetostrictive micro inclusions. *Trudy VIAM*, 2019, no. 10, pp. 3–13. DOI: [10.18577/2307-6046-2019-0-10-3-13](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2019-0-10-3-13).
 2. Morgunov R.B. Spin micromechanics in the physics of plasticity. *Uspekhi fizicheskikh nauk*, 2004, vol. 174, no. 2, pp. 131–153. DOI: [10.3367/UFNr.0174.200402c.0131](https://doi.org/10.3367/UFNr.0174.200402c.0131).
 3. Morgunov R.B., Piskorskiy V.P., Valeev R.A., Korolev D.V. Thermodynamics analysis of magnetoplastic effects in “non-magnetic” metals. *Trudy VIAM*, 2018, no. 12, pp. 79–87. DOI: [10.18577/2307-6046-2018-0-12-79-87](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2018-0-12-79-87).
 4. Jafari M., Ansari R., Rouhi S. First-principle investigation of the elastic and plastic properties of the bismuthene: Effect of the external electric field. *Superlattices and Microstructures*, 2020, vol. 140, article number 106476. DOI: [10.1016/j.spmi.2020.106476](https://doi.org/10.1016/j.spmi.2020.106476).
 5. Huang C., Shuai S., Wang P., Liu X., Wang J., Ren Z. The effect of static magnetic field on solid–liquid interfacial free energy of Al–Cu alloy system. *Scripta Materialia*, 2020, vol. 187, pp. 232–236. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2020.06.025](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.06.025).
 6. Chen R., Kong H.J., Luan J.H., Wang A.D., Jiang P., Liu C.T. Effect of external applied magnetic field on microstructures and mechanical properties of laser welding joint of medium-Mn nanostructured steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 792, article number 139787. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139787](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139787).
 7. Li G.R., Wang F.F., Wang H.M., Cheng J.F. Microstructure and Mechanical Properties of TC4 Titanium Alloy Subjected to High Static Magnetic Field. *Materials Science Forum*, 2017, vol. 898 MSF, pp. 345–354. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.898.345](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.898.345).
 8. Li G.R., Qin T., Fei A.G., Wang H.M., Zhao Y.T., Chen G., Kai X.Z. Performance and microstructure of TC4 titanium alloy subjected to deep cryogenic treatment and magnetic field. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 802, pp. 50–69. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.06.007](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.06.007).
 9. Seydametov S.V., Loskutov S.V. The influence of pulse electromagnetic field on rebuilding of structure of titanium alloy VT3-1. *Zhurnal fiziki i inzhenerii poverkhnosti*, 2016, vol. 1, no. 1, pp. 4–8.
 10. Galustashvili M.V., Driaev D.G., Kvatchadze V.G. Magnetoplastic Effect under Stress Relaxation in NaCl Crystals. *JETP Letters*, 2019, vol. 110, no. 12, pp. 785–788. DOI: [10.1134/S0021364019240044](https://doi.org/10.1134/S0021364019240044).
 11. Alshits V.I., Darinskaya E.V., Koldaeva M.V., Petrzhih E.A. Resonance magnetoplasticity in ultralow magnetic fields. *JETP Letters*, 2016, vol. 104, no. 5, pp. 353–364. DOI: [10.1134/S0021364016170045](https://doi.org/10.1134/S0021364016170045).
 12. Morgunov R.B., Buchachenko A.L. Magnetoplasticity and magnetic memory in diamagnetic solids. *Journal of Experimental and Theoretical Physics*, 2009, vol. 109, no. 3, pp. 434–441. DOI: [10.1134/S1063776109090076](https://doi.org/10.1134/S1063776109090076).
 13. Buchachenko A.L. Effect of magnetic field on mechanics of nonmagnetic crystals: the nature of magnetoplasticity. *Journal of Experimental and Theoretical Physics*, 2006, vol. 102, no. 5, pp. 795–798.
 14. Sugatov E.V., Kuzmina L.V., Gazenaur E.G., Krashenin V.I. The influence of concentration of iron and lead impurities on the magnetic threshold of the magnetoplastic effect in the silver azide crystals. *Fundamentalnye problemy sovremennogo materialovedeniya*, 2014, vol. 11, no. 4-2, pp. 610–613.
 15. Alshits V.I., Darinskaya E.V., Koldaeva M.V., Petrzhih E.A. Chapter 86 – Magnetoplastic Effect in Non-magnetic Crystals. *Dislocations in Solids*, 2008, vol. 14, pp. 333–437. DOI: [10.1016/S1572-4859\(07\)00006-X](https://doi.org/10.1016/S1572-4859(07)00006-X).
 16. Skvortsov A.A., Pshonkin D.E., Luk'yanov M.N., Rybakova M.R. Influence of permanent magnetic fields on creep and microhardness of iron-containing aluminum alloy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2019, vol. 8, no. 3, pp. 2481–2485. DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.02.002](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.02.002).
 17. Du D., Haley J.C., Dong A., Fautrelle Y., Shu D., Zhu G., Li X., Sun B., Lavernia E.J. Influence of static magnetic field on microstructure and mechanical behavior of selective laser melted AlSi10Mg alloy. *Materials and Design*, 2019, vol. 181, article number 107923. DOI: [10.1016/j.matdes.2019.107923](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107923).
 18. Zhu L., Han C., Hou L., Gagnoud A., Fautrelle Y., Ren Z., Li X. Influence of a static magnetic field on the distribution of solute Cu and interdendritic constitutional undercooling in directionally solidified Al-4.5wt.%Cu alloy. *Materials Letters*, 2019, vol. 248, pp. 73–77. DOI: [10.1016/j.matlet.2019.03.142](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.03.142).
 19. Guo S., Cui J., Le Q., Zhao Z. The effect of alternating magnetic field on the process of semi-continuous casting for AZ91 billets. *Materials Letters*, 2005, vol. 59, no. 14-15, pp. 1841–1844. DOI: [10.1016/j.matlet.2005.01.076](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2005.01.076).
 20. Liu Y.Z., Zhan L.H., Ma Q.Q., Ma Z.Y., Huang M.H. Effects of alternating magnetic field aged on microstructure and mechanical properties of AA2219 aluminum alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, vol. 647, pp. 644–647. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.05.183](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.05.183).
 21. Zagulyaev D.V., Kononov S.V., Yaropolova N.G., Ivanov Y.F., Komissarova I.A., Gromov V.E., Effect of

- the magnetic field on the surface morphology of copper upon creep fracture. *Journal of Surface Investigation*, 2015, vol. 9, no. 2, pp. 410–414. DOI: [10.1134/S1027451015010188](https://doi.org/10.1134/S1027451015010188).
22. Shlyarov V.V., Zagulyaev D.V., Gromov V.E. The influence of magnetic fields on the structure and physico-mechanical properties of aluminum. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2018, no. 1, pp. 98–104. DOI: [10.18323/2073-5073-2018-1-98-104](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2018-1-98-104).
23. Zagulyaev D., Kononov S., Shlyarov V., Chen X. Influence of constant magnetic field on plastic characteristics of paramagnetic metals. *Materials Research Express*, 2019, vol. 6, no. 9, article number 096523. DOI: [10.1088/2053-1591/ab2c8a](https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab2c8a).
24. Kassner M.E. *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*. 3rd ed. Amsterdam, Elsevier Ltd. Publ., 2015. 333 p. DOI: [10.1016/B978-0-08-047561-5.X0001-2](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-047561-5.X0001-2).
25. Ivanova V.S., Shanyavskiy A.A. *Kolichestvennaya fraktografiya. Ustalostnoe razrushenie* [Quantitative fractography. Fatigue failure]. Chelyabinsk, Metallurgiya. Chelyabinskoe otdelenie Publ., 1988. 399 p.
26. Klevtsov G.V., Botvina L.R., Klevtsova N.A., Limar L.V. *Fraktodiagnostika razrusheniya metallicheskih materialov i konstruktсий* [Fracture diagnostic of metallic materials and constructions]. Moscow, MISiS Publ., 2007. 264 p.
27. Alshits V.I., Darinskaya E.V., Kazakova O.L. Magnetoplastic effect and spin-lattice relaxation in the dislocation – paramagnetic center system. *Pisma v zhurnal eksperimentalnoy i teoreticheskoy fiziki*, 1996, vol. 64, no. 8, pp. 628–633.
28. Golovin Yu.I. Magnetoplastic effects in solids. *Physics of the Solid State*, 2004, vol. 46, no. 5, pp. 789–824.

The analysis of changes in microhardness, creep rate, and morphology of the VT1-0 titanium fracture surface deformed under the action of the constant magnetic field of 0.3 T

© 2022

Vitaly V. Shlyarov*¹, postgraduate student of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Science Disciplines
Dmitry V. Zagulyaev², PhD (Engineering), Associate Professor,
assistant professor of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Science Disciplines

Anna A. Serebryakova³, postgraduate student of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Science Disciplines
Siberian State Industrial University, Novokuznetsk (Russia)

*E-mail: shlyarov@mail.ru¹ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8130-648X>²ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9859-8949>³ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3979-7777>

Received 14.07.2021

Accepted 11.03.2022

Abstract: Today, a promising research area is the study of the behavior of the materials' technological and physical characteristics under the external energy effects, such as constant magnetic fields. It is caused by the emergence of multifactorial scientific and industrial problems arising because of the introduction of high technologies into production. One of the directions is the production of new equipment, devices, and machines that somehow form electromagnetic fields around them. Therefore, an umbrella approach to studying the influence of magnetic field effects on the deformation characteristics of metals and alloys contributes to a deeper understanding of the physical nature of this effect. As an object for the research, the authors selected commercially pure titanium of VT1-0 grade. The work aims to study the influence of a constant magnetic field of 0.3 T on microhardness, creep rate, and fracture surface of commercially pure VT1-0 titanium. The results show that under the influence of a constant magnetic field of 0.3 T, the relative value of VT1-0 titanium microhardness decreases by 2–5 %, followed by relaxation to the initial value. The creep rate of titanium increases by approximately 31 % when applying a field of 0.3 T induction during the test (without field applying, the creep rate is 2.4 %/h, in the magnetic field is 3 %/h). The fracture surface analysis using scanning electron microscopy (SEM) shows that titanium specimens undergo ductile fracture. Numerous equiaxial destruction pits characterize the fracture surface. It should be noted that pits with the stretched areas are present mainly on the samples destroyed under the creep conditions in a constant magnetic field of 0.3 T.

Keywords: commercial pure titanium; VT1-0; constant magnetic field; induction of 0.3 T; microhardness; creep rate; fracture surface fractography; equiaxial destruction pits; fibrous zone.

Acknowledgments: The study was carried out with the support of the grant of the Russian Science Foundation (project No. 21-79-00118).

The paper was written on the reports of the participants of the X International School of Physical Materials Science (SPM-2021), Togliatti, September 13–17, 2021.

For citation: Shlyarov V.V., Zagulyaev D.V., Serebryakova A.A. The analysis of changes in microhardness, creep rate, and morphology of the VT1-0 titanium fracture surface deformed under the action of the constant magnetic field of 0.3 T. *Frontier Materials and Technologies*, 2022, no. 1, pp. 91–100. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-1-91-100](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-1-91-100).

НАШИ АВТОРЫ

Аглетдинов Эйнар Альбертович, кандидат физико-математических наук, младший научный сотрудник НИО-2 НИИ прогрессивных технологий.
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: aeinar7@gmail.com

Алмазова Лиана Алмазовна, студент.
Адрес: Санкт-Петербургский государственный университет, 198504, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетский пр-т, 35.
E-mail: st080595@student.spbu.ru

Батрашов Виктор Михайлович, кандидат технических наук, доцент кафедры «Контроль и испытания материалов».
Адрес: Пензенский государственный университет, 440026, Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40.
E-mail: metal@pnzgu.ru

Выродова Анна Вячеславовна, аспирант, младший научный сотрудник.
Адрес: Национальный исследовательский Томский государственный университет, 634050, Россия, г. Томск, пр-т Ленина, 36.
E-mail: wirodowa@mail.ru

Высоцкий Игорь Васильевич, кандидат технических наук, младший научный сотрудник.
Адрес: Белгородский государственный национальный исследовательский университет, 308015, Россия, г. Белгород, ул. Победы, 85.
E-mail: visotsky@bsu.edu.ru

Гнусина Анастасия Михайловна, магистр кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: myripru@gmail.com

Грызунова Наталья Николаевна, доктор физико-математических наук, доцент, профессор кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
E-mail: gryzunova-natalja@yandex.ru

Гуденко Андрей Сергеевич, кандидат технических наук, заведующий отделом физико-химических методов исследования металлов.
Адрес: АО «НПО «ЦНИИТМАШ», 115088, Россия, г. Москва, ул. Шарикоподшипниковская, 4.
E-mail: andgas@gmail.com

Гуськов Максим Сергеевич, кандидат технических наук, доцент кафедры «Контроль и испытания материалов».
Адрес: Пензенский государственный университет, 440026, Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40.
E-mail: metal@pnzgu.ru

Егорова Лада Юрьевна, кандидат технических наук, старший научный сотрудник.
Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.
E-mail: egorova@imp.uran.ru

Загуляев Дмитрий Валерьевич, кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля.
Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.
E-mail: zagulyaev_dv@bk.ru

Калиненко Александр Андреевич, аспирант.

Адрес: Белгородский государственный национальный исследовательский университет,
308015, Россия, г. Белгород, ул. Победы, 85.

E-mail: kalinenko@bsu.edu.ru

Козлов Дмитрий Вячеславович, аспирант

кафедры «Сварочное, литейное производство и материаловедение».

Адрес: Пензенский государственный университет,
440026, Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40.

E-mail: d_v_kozlov@yahoo.com

Майер Галина Геннадьевна, кандидат физико-математических наук,
научный сотрудник лаборатории физики структурных превращений.

Адрес: Институт физики прочности и материаловедения

Сибирского отделения Российской академии наук,
634055, Россия, г. Томск, пр-т Академический, 2/4.

E-mail: galinazg@yandex.ru

Малофеев Сергей Сергеевич, кандидат технических наук, научный сотрудник.

Адрес: Белгородский государственный национальный исследовательский университет,
308015, Россия, г. Белгород, ул. Победы, 85.

E-mail: malofeev@bsu.edu.ru

Матвеева Надежда Сергеевна, аспирант кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».

Адрес: Тольяттинский государственный университет,

445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: nad.matveeva96@mail.ru

Мерсон Дмитрий Львович, доктор физико-математических наук, профессор,
директор НИИ прогрессивных технологий.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,

445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: D.Merson@tltsu.ru

Миронов Сергей Юрьевич, доктор физико-математических наук,
ведущий научный сотрудник.

Адрес: Белгородский государственный национальный исследовательский университет,
308015, Россия, г. Белгород, ул. Победы, 85.

E-mail: mironov@bsu.edu.ru

Прыщак Алексей Валерьевич, кандидат технических наук,

доцент кафедры «Сварочное, литейное производство и материаловедение».

Адрес: Пензенский государственный университет,

440026, Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40.

E-mail: metal@pnzgu.ru

Растегаев Игорь Анатольевич, кандидат физико-математических наук,
старший научный сотрудник НИО-2 НИИ прогрессивных технологий.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,

445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: RastIgAev@yandex.ru

Растегаева Инна Ивановна, старший преподаватель

кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».

Адрес: Тольяттинский государственный университет,

445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: I.Rastegaeva@tltsu.ru

Розен Андрей Андреевич, аспирант

кафедры «Сварочное, литейное производство и материаловедение».

Адрес: Пензенский государственный университет,

440026, Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40.

E-mail: aarozen@bk.ru

Розен Андрей Евгеньевич, доктор технических наук, профессор,
заведующий кафедрой «Сварочное, литейное производство и материаловедение».
Адрес: Пензенский государственный университет,
440026, Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40.
E-mail: aerozen@bk.ru

Седова Ольга Сергеевна, кандидат физико-математических наук,
доцент кафедры вычислительных методов механики деформируемого тела.
Адрес: Санкт-Петербургский государственный университет,
198504, Россия, г. Санкт-Петербург, Университетский пр-т, 35.
E-mail: o.s.sedova@spbu.ru

Серебрякова Анна Александровна, аспирант
кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля.
Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет,
654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.
E-mail: aserebrakova87@gmail.com

Суаридзе Теона Романиевна, младший научный сотрудник.
Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева
Уральского отделения Российской академии наук,
620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.
E-mail: Teona_S@imp.uran.ru

Тумбусова Ирина Алексеевна, инженер, студент.
Адрес 1: Институт физики прочности и материаловедения
Сибирского отделения Российской академии наук,
634055, Россия, г. Томск, пр-т Академический, 2/4.
Адрес 2: Томский политехнический университет,
634050, Россия, г. Томск, пр-т Ленина, 30.
E-mail: tumbusova031098@mail.ru

Харина Ирина Лазаревна, кандидат технических наук,
главный научный сотрудник лаборатории коррозионных испытаний.
Адрес: АО «НПО «ЦНИИТМАШ»,
115088, Россия, г. Москва, ул. Шарикоподшипниковская, 4.
E-mail: cniitmash@cniitmash.com

Хлебникова Юлия Валентиновна, кандидат технических наук,
ведущий научный сотрудник.
Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева
Уральского отделения Российской академии наук,
620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.
E-mail: yulia_kh@imp.uran.ru

Хорин Александр Владимирович, кандидат технических наук,
доцент кафедры «Контроль и испытания материалов».
Адрес: Пензенский государственный университет,
440026, Россия, г. Пенза, ул. Красная, 40.
E-mail: metal@pnzgu.ru

Шляров Виталий Владиславович, аспирант
кафедры естественнонаучных дисциплин им. проф. В.М. Финкеля.
Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет,
654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.
E-mail: shlyarov@mail.ru

OUR AUTHORS

Agletdinov Einar Albertovich, PhD (Physics and Mathematics),
junior researcher of the Research Unit-2 of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: aeinar7@gmail.com

Almazova Liana Almazovna, student.
Address: Saint Petersburg State University,
198504, Russia, Saint Petersburg, Universitetsky Prospekt, 35.
E-mail: st080595@student.spbu.ru

Batrashov Viktor Mikhailovich, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Control and Material Tests”.
Address: Penza State University,
440026, Russia, Penza, Krasnaya Street, 40.
E-mail: metal@pnzgu.ru

Egorova Lada Yurievna, PhD (Engineering), senior researcher.
Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics
of Ural Branch of Russian Academy of Sciences,
620108, Russia, Ekaterinburg, S. Kovalevskaya Street, 18.
E-mail: egorova@imp.uran.ru

Gnusina Anastasiya Mikhailovna, master of Chair “Nanotechnologies,
Materials Science, and Mechanics”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: myripru@gmail.com

Gryzunova Natalya Nikolaevna, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
Associate Professor, Professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: gryzunova-natalja@yandex.ru

Gudenko Andrey Sergeevich, PhD (Engineering),
Head of Department of Physical and Chemical Methods of Metal Research.
Address: JSC “RPA “CNIITMASH”,
115088, Russia, Moscow, Sharikopodshipnikovskaya Street, 4.
E-mail: andgas@gmail.com

Guskov Maksim Sergeevich, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Control and Material Tests”.
Address: Penza State University,
440026, Russia, Penza, Krasnaya Street, 40.
E-mail: metal@pnzgu.ru

Kalinenko Aleksandr Andreevich, postgraduate student.
Address: Belgorod State National Research University,
308015, Russia, Belgorod, Pobedy Street, 85.
E-mail: kalinenko@bsu.edu.ru

Kharina Irina Lazarevna, PhD (Engineering),
chief researcher of the Laboratory of Corrosion Tests.
Address: JSC “RPA “CNIITMASH”,
115088, Russia, Moscow, Sharikopodshipnikovskaya Street, 4.
E-mail: cniitmash@cniitmash.com

Khlebnikova Yuliya Valentinovna, PhD (Engineering), leading researcher.
Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 620108, Russia,
Ekaterinburg, S. Kovalevskaya Street, 18.
E-mail: yulia_kh@imp.uran.ru

Khorin Aleksandr Vladimirovich, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Control and Material Tests”.
Address: Penza State University,
440026, Russia, Penza, Krasnaya Street, 40.
E-mail: metal@pnzgu.ru

Kozlov Dmitry Vyacheslavovich, postgraduate student
of Chair “Welding, Foundry Engineering, and Materials Science”.
Address: Penza State University,
440026, Russia, Penza, Krasnaya Street, 40.
E-mail: d_v_kozlov@yahoo.com

Maier Galina Gennadijevna, PhD (Physics and Mathematics),
researcher of Laboratory of Physics of Structural Transformations.
Address: Institute of Strength Physics and Materials Science,
Siberian Branch of Russian Academy of Sciences,
634055, Russia, Tomsk, Akademichesky Prospect, 2/4.
E-mail: galinazg@yandex.ru

Malophev Sergey Sergeevich, PhD (Engineering), researcher.
Address: Belgorod State National Research University,
308015, Russia, Belgorod, Pobedy Street, 85.
E-mail: malofeev@bsu.edu.ru

Matveeva Nadezhda Sergeevna, postgraduate student
of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: nad.matveeva96@mail.ru

Merson Dmitry Lvovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
Director of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: D.Merson@tltsu.ru

Mironov Sergey Yurievich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
leading researcher.
Address: Belgorod State National Research University,
308015, Russia, Belgorod, Pobedy Street, 85.
E-mail: mironov@bsu.edu.ru

Pryshchak Aleksey Valerievich, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair “Welding, Foundry Engineering, and Materials Science”.
Address: Penza State University,
440026, Russia, Penza, Krasnaya Street, 40.
E-mail: metal@pnzgu.ru

Rastegaev Igor Anatolyevich, PhD (Physics and Mathematics),
senior researcher of the Research Unit-2 of the Research Institute of Advanced Technologies.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: RastIgAev@yandex.ru

Rastegaeva Inna Ivanovna, senior lecturer
of Chair “Nanotechnologies, Materials Science, and Mechanics”.
Address: Togliatti State University,
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.
E-mail: I.Rastegaeva@tltsu.ru

Rozen Andrey Andreevich, postgraduate student of Chair “Welding, Foundry Engineering, and Materials Science”.
Address: Penza State University,
440026, Russia, Penza, Krasnaya Street, 40.
E-mail: aarozen@bk.ru

Rozen Andrey Evgenyevich, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of Chair “Welding, Foundry Engineering, and Materials Science”.
Address: Penza State University,
440026, Russia, Penza, Krasnaya Street, 40.
E-mail: aerozen@bk.ru

Sedova Olga Sergeevna, PhD (Physics and Mathematics), assistant professor of Chair of Computer Techniques of Solids Mechanics.
Address: Saint Petersburg State University,
198504, Russia, Saint Petersburg, Universitetsky Prospekt, 35.
E-mail: o.s.sedova@spbu.ru

Serebryakova Anna Aleksandrovna, postgraduate student of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Science Disciplines.
Address: Siberian State Industrial University,
654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.
E-mail: aserebrakova87@gmail.com

Shlyarov Vitaly Vladislavovich, postgraduate student of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Science Disciplines.
Address: Siberian State Industrial University,
654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.
E-mail: shlyarov@mail.ru

Suaridze Teona Romanievna, junior researcher.
Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences,
620108, Russia, Ekaterinburg, S. Kovalevskaya Street, 18.
E-mail: Teona_S@imp.uran.ru

Tumbusova Irina Alekseevna, engineer, student.
Address 1: Institute of Strength Physics and Materials Science, Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences,
634055, Russia, Tomsk, Akademicheskyy Prospekt, 2/4.
Address 2: Tomsk Polytechnic University,
634050, Russia, Tomsk, Lenin Prospekt, 30.
E-mail: tumbusova031098@mail.ru

Vyrodova Anna Vyacheslavovna, postgraduate student, junior researcher.
Address: National Research Tomsk State University,
634050, Russia, Tomsk, Lenin Prospekt, 36.
E-mail: wirodowa@mail.ru

Vysotskiy Igor Vasilyevich, PhD (Engineering), junior researcher.
Address: Belgorod State National Research University,
308015, Russia, Belgorod, Pobedy Street, 85.
E-mail: visotsky@bsu.edu.ru

Zagulyaev Dmitry Valerievich, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Professor V.M. Finkel Chair of Natural Science Disciplines.
Address: Siberian State Industrial University,
654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.
E-mail: zagulyaev_dv@bk.ru

На обложке: Фрактографическая картина поверхности разрушения [001]-монокристаллов CoCrFeNiMn при комнатной температуре испытания. Автор фото: А.В. Выродова, аспирант, младший научный сотрудник (Национальный исследовательский Томский государственный университет, Томск, Россия).