

ВЕКТОР НАУКИ Тольяттинского государственного университета

Основан в 2008 г.

№ 4 (50)

2019

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 Максевич, д. т. н., профессор
Виноградов Алексей Юрьевич, к. ф.-м. н., Doctor of Sciences (Engineering), профессор
Гаврюшин Сергей Сергеевич, д. т. н., профессор
Герштейн Грегори, Doctor of Sciences (Engineering)
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., PhD
Кудря Александр Викторович, д. т. н., профессор
Кузьмин Сергей Викторович, д. т. н., профессор
Ларишин Василий Петрович, д. т. н., профессор
Макаров Алексей Викторович, 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., доцент
Рубаник Василий Васильевич, д. т. н.
Старобинский Рудольф Натанович, д. т. н., профессор
Сундер Рамасуббу, член Индийской академии наук, PhD, Dr.
Табакон Владимир Петрович, д. т. н., профессор
Худобин Леонид Викторович, д. т. н., профессор
Шшиков Владимир Александрович, д. т. н.
Эстрин Юрий Захарович, д. ф.-м. н., профессор

Входит в перечень рецензируемых научных журналов, зарегистрированных в системе «Российский индекс научного цитирования», в перечень рецензируемых научных изданий, в которых должны быть опубликованы основные научные результаты диссертаций на соискание ученой степени кандидата наук, на соискание ученой степени доктора наук.

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций (свидетельство о регистрации ПИ № ФС77-76949 от 09 октября 2019 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) 54-63-64

E-mail: vektornaukitgu@yandex.ru

Сайт: <http://www.tltsu.ru>

Подписано в печать 30.12.2019.
Выход в свет 13.03.2020.
Формат 60×84 1/8.
Печать цифровая.
Усл. п. л. 10,1.
Тираж 50 экз. Заказ 3-30-20.
Цена свободная.

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

СВЕДЕНИЯ О ЧЛЕНАХ РЕДКОЛЛЕГИИ

Главный редактор

Кристал Михаил Михайлович, доктор физико-математических наук, профессор, ректор (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 «Техническая механика и детали машин» (Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А., Саратов, Россия).

Бржозовский Борис Максович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Проектирование технических и технологических комплексов» (Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А., Саратов, Россия).

Виноградов Алексей Юрьевич, кандидат физико-математических наук, Doctor of Engineering, профессор (Норвежский технологический университет, Тронхейм, Норвегия).

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

Герштейн Грегори, Doctor of Engineering, заведующий лабораторией (Ганноверский университет имени Готфрида Вильгельма Лейбница, Ганновер, Германия).

Глезер Александр Маркович, доктор физико-математических наук, профессор, директор института металловедения и физики металлов имени Г.В. Курдюмова (Центральный научно-исследовательский институт имени 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, заведующий кафедрой «Автоматизированные станочные и инструментальные системы» (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 государственный политехнический университет, 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, профессор кафедры 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, 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, заведующий кафедрой «Технология машиностроения» (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, доцент, декан и профессор факультета лазерной фотоники и оптоэлектроники (Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Россия), главный научный сотрудник сектора теории твердого тела (Физико-технический институт имени А.Ф. Иоффе Российской академии наук, 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, PhD, Dr., директор (“BISS (P) Ltd”, Бангалор, Индия).

Табаков Владимир Петрович, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Металлорежущие станки и инструменты» (Ульяновский государственный технический университет, Ульяновск, Россия).

Худобин Леонид Викторович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Технология машиностроения» (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

УСТАНОВКА ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ ОБРАЗЦОВ ПОКРЫТИЙ ПРИ ПЕРЕМЕННЫХ НАГРУЗКАХ А.Н. Венедиктов, Н.Л. Венедиктов.....	6
ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖЕЛЕЗА НА КРИСТАЛЛИЗАЦИЮ АМОРФНОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ Co-Fe-B-Nb Н.А. Волков, Г.Е. Абросимова.....	13
ФОРМИРОВАНИЕ БАНКА ПОХОДОК ПОЛЗАЮЩЕГО ПОИСКОВОГО РОБОТА С УПРАВЛЯЕМЫМ ТРЕНИЕМ В ОПОРАХ Л.Ю. Ворочаева, С.И. Савин.....	19
ВЗАИМОСВЯЗЬ РАЗМЕРОВ И ФАЗОВОГО СОСТАВА МАССИВНЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Zr А.А. Дрозденко, Д.В. Матвеев, Е.А. Першина, А.С. Аронин.....	29
НЕКОТОРЫЕ ПРАКТИЧЕСКИЕ СООБРАЖЕНИЯ, СВЯЗАННЫЕ С КОМПЬЮТЕРНЫМИ ПРОЦЕДУРАМИ ОБРАБОТКИ ИЗОБРАЖЕНИЙ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ А.В. Кудря, Э.А. Соколовская, В.Ю. Пережогин, Нго Нгок Ха.....	35
УПРУГО-ПЛАСТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТРАБЕКУЛЯРНОЙ КОСТНОЙ ТКАНИ Г.П. Панфилов, М.В. Гилев, М.Ю. Измоденова, Д.В. Зайцев.....	45
О ПЛАВЛЕНИИ АЛЮМИНИЕВОГО ЭЛЕКТРОДА АРГОНОВОЙ ДУГОЙ ПРЯМОЙ ПОЛЯРНОСТИ В.П. Сидоров, Д.Э. Советкин, Н.А. Борисов.....	52
ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ПЛАЗМЕННОГО МОДИФИЦИРОВАНИЯ УГЛЕРОДОМ И АЗОТОМ НА УПРОЧНЕНИЕ И ШЕРОХОВАТОСТЬ ПОВЕРХНОСТИ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ П.А. Скорынина, А.В. Макаров, А.И. Меньшаков, А.Л. Осинцева, М.А. Чалина.....	58
ПРОЦЕСС ОКИСЛЕНИЯ В ТЕКСТУРОВАННЫХ ТОНКИХ ЛЕНТАХ ИЗ БИНАРНЫХ СПЛАВОВ НА МЕДНОЙ ОСНОВЕ Т.Р. Суаридзе, Ю.В. Хлебникова, Д.П. Родионов, Л.Ю. Егорова.....	65
РАЗЛИЧИЯ В ЛОКАЛЬНОЙ АТОМНОЙ СТРУКТУРЕ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ Ti₂NiCu, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЗАКАЛКИ ИЗ РАСПЛАВА И МЕТОДОМ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ Р.В. Сундеев, А.В. Шалимова, А.М. Глезер, А.А. Велигжанин.....	73
НАШИ АВТОРЫ.....	80

CONTENT

THE PLANT FOR TESTING COATINGS SAMPLES UNDER VARIABLE LOADS A.N. Venediktov, N.L. Venediktov.....	6
THE INFLUENCE OF IRON CONCENTRATION ON CRYSTALLIZATION OF THE AMORPHOUS ALLOY OF Co-Fe-B-Nb SYSTEM N.A. Volkov, G.E. Abrosimova.....	13
THE FORMATION OF THE BANK OF GAITS FOR A CRAWLING SEARCH ROBOT WITH CONTROLLABLE FRICTION IN BEARING SUPPORTS L.Yu. Vorochaeva, S.I. Savin.....	19
THE INTERRELATION OF SIZES AND PHASE COMPOSITION OF Zr-BASED BULK AMORPHOUS ALLOYS A.A. Drozdenko, D.V. Matveev, E.A. Pershina, A.S. Aronin.....	29
SOME PRACTICAL CONCERNS RELATED TO COMPUTER PROCEDURES OF PROCESSING IMAGES IN MATERIAL SCIENCE A.V. Kudrya, E.A. Sokolovskaya, V.Yu. Perezhogin, Ngo Ngoc Ha.....	35
THE ELASTOPLASTIC PROPERTIES OF THE TRABECULAR BONE TISSUE G.P. Panfilov, M.V. Gilev, M.Yu. Izmodenova, D.V. Zaytsev.....	45
CONCERNING THE MELTING OF AN ALUMINIUM ELECTRODE BY THE ARGON ARC OF STRAIGHT POLARITY V.P. Sidorov, D.E. Sovetkin, N.A. Borisov.....	52
THE INFLUENCE OF LOW-TEMPERATURE PLASMA MODIFICATION WITH CARBON AND NITROGEN ON THE HARDENING AND SURFACE ROUGHNESS OF AUSTENITIC STAINLESS STEEL P.A. Skorynina, A.V. Makarov, A.I. Menshakov, A.L. Osintseva, M.A. Chalina.....	58
THE OXIDATION PROCESS IN THE TEXTURED THIN TAPES OF BINARY COPPER-BASED ALLOYS T.R. Suaridze, Yu.V. Khlebnikova, D.P. Rodionov, L.Yu. Egorova.....	65
DIFFERENCES IN THE LOCAL ATOMIC STRUCTURE OF THE AMORPHOUS Ti₂NiCu ALLOYS PRODUCED BY MELT QUENCHING AND LARGE PLASTIC DEFORMATIONS R.V. Sundeev, A.V. Shalimova, A.M. Glezer, A.A. Veligzhanin.....	73
OUR AUTHORS.....	80

УСТАНОВКА ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ ОБРАЗЦОВ ПОКРЫТИЙ ПРИ ПЕРЕМЕННЫХ НАГРУЗКАХ

© 2019

А.Н. Венедиктов, кандидат технических наук
Н.Л. Венедиктов, кандидат технических наук, доцент
Тюменский индустриальный университет, Тюмень (Россия)

Ключевые слова: электролитические покрытия; усталостные испытания; усталость покрытий; напряжения в покрытиях; переменные нагрузки.

Аннотация: В процессе эксплуатации детали с нанесенными на них покрытиями часто испытывают нагрузки переменного характера, что сказывается на сроке службы изделий. Исследованию усталостных свойств таких изделий посвящено достаточно много работ, однако изучение влияния переменных нагрузок на структуру и свойства самих покрытий имеет разрозненный характер. Поскольку определение характеристик сопротивления усталости образцов с нанесенными на них покрытиями до сих пор является актуальным, целью исследования являлась разработка конструкции установки для испытаний на усталость и разработка методики испытаний образцов с покрытиями в режиме переменных нагрузок.

Для отработки методики испытаний на усталость была разработана установка оригинальной конструкции. При проектировании установки учитывалось, что нагружение образца должно производиться равномерно, чтобы материалы основы и подложки испытывали напряжения, постоянные по всей длине образца.

С помощью аналитического решения задачи прочности была разработана методика определения напряжений в покрытии и подложке. Для подтверждения справедливости использования предложенной методики использовали численные методы. С этой целью решали задачу нахождения напряжений в образце, состоящем из двух слоев материалов, с помощью программы *Comsol Multiphysics* в двумерной постановке.

В результате проделанной работы разработана конструкция экспериментальной установки для испытаний образцов с покрытиями с максимальной растягивающей силой 5000 Н и возможностью плавного изменения частоты колебаний.

Разработана и апробирована методика испытания образцов с покрытиями без отделения последних от подложки. Показано, что применение описанной методики справедливо, если толщина покрытия составляет не более 7 % от толщины подложки.

ВВЕДЕНИЕ

Способы оценки надежности и качества покрытий, эксплуатируемых при постоянных нагрузках, хорошо изучены [1–3]. Однако в процессе эксплуатации детали с нанесенными на них покрытиями часто испытывают нагрузки переменного характера, что не может не сказываться на сроке службы изделий [4–6]. Исследованию усталости систем «основной металл – покрытие» посвящено достаточно много работ [7–9]. Механизмы зарождения трещины в композиции «основа – покрытие» при циклическом нагружении широко рассмотрены в работах [10; 11].

Предполагается, что одной из причин трещинообразования может быть следующее явление: покрытие блокирует дислокации в поверхностном слое основного металла и затрудняет развитие пластической деформации. При нагружении дислокации начинают перемещаться, и у границы «основа – покрытие» образуются скопления краевых дислокаций, вызывая появление растягивающих напряжений, которые, в свою очередь, могут стать причиной образования микротрещин.

Другой причиной трещинообразования служит то, что появление и распространение трещин может происходить непосредственно от поверхности покрытия, на которой всегда имеются готовые концентраторы напряжений в виде пор, несплошностей, играющих роль источника трещин [10]. В целом, металлопокрытия, нанесенные электролитическим методом, снижают усталостные характеристики [12; 13], причем коэффициент

снижения предела выносливости пропорционален толщине покрытия.

Что касается характеристик сопротивления усталости самого покрытия без основы – в настоящее время по имеющимся типовым методикам без экспериментальных испытаний их рассчитать нельзя. Это связано прежде всего с анизотропией механических свойств по поперечному сечению и наличием остаточных напряжений в приповерхностных слоях основного металла и покрытия [14]. Как следствие, изучению влияния переменных нагрузок на структуру и свойства самих покрытий уделяется мало внимания, и оно имеет разрозненный характер [15].

Еще одним фактором, обуславливающим сложившуюся ситуацию, является сложность и высокая стоимость специализированного оборудования, выпускаемого серийно [16–18], позволяющего проводить усталостные испытания образцов малого поперечного сечения с применением микроперемещений и маленьких нагрузок, используемых в процессе испытаний. Кроме того, отделение покрытия от основы и испытание его на усталость практически не представляется возможным или сопряжено с очень большими трудностями [2]. В связи с этим в настоящее время имеется потребность в разработке метода оценки внутренних напряжений, возникающих в покрытии в процессе испытания. Определение характеристик сопротивления усталости образцов с нанесенными на них покрытиями до сих пор является актуальным, а специальных машин и методик

для проведения соответствующих испытаний практически нет.

Цель исследования – разработка конструкции установки для усталостных испытаний образцов с покрытиями и методики их испытания.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ

Образцы представляли собой пластины из нержавеющей стали с нанесенными на них электролитическими покрытиями. Площадь поперечного сечения не превышала 5 мм^2 . При разработке установки учитывалось, что напряжения, возникающие в ходе испытания в материале покрытия и подложки, должны быть постоянными по всей длине образца. На основе анализа известных схем нагружения [1; 18] была выбрана схема с повторно-переменным растяжением, как наиболее удовлетворяющая вышесказанному условию. Требования к конструкции установки были сформулированы исходя из размеров испытываемых образцов и режимов проведения испытаний.

Поскольку проведение испытаний должно проходить в области упругой деформации, т. е. максимальная растягивающая нагрузка не должна вызывать напряже-

ний, превышающих предел текучести одного из материалов – покрытия или подложки, то для заданной геометрии образцов установка рассчитывалась для нагрузок до 5 кН. Установка проектировалась на проведение испытаний на многоцикловую усталость с числом циклов до 10^7 с частотами не менее 10 Гц. Амплитуда колебаний должна быть стабильной в течение всего испытания, а также должна быть возможность плавного ее изменения [19–21].

Установка (рис. 1) состоит из вибратора 5, который может совершать возвратно-поступательные колебания в соосно расположенных неподвижных опорах на линейных шариковых подшипниках 4. К верхней части вибратора 5 крепится последовательно посредством захватов 3 образец 2 и тензометрический динамометр 1. Свободный конец динамометра закреплен неподвижно. Нижний конец вибратора крепится к пружине 9, которая, в свою очередь, крепится к неподвижной опоре посредством винта 10. Вращение винта позволяет создавать и плавно изменять преднагрузку образца. Пружина 9 необходима для возможности плавного регулирования предварительной нагрузки и гашения вибраций в ходе циклов нагружения-сжатия в пределах

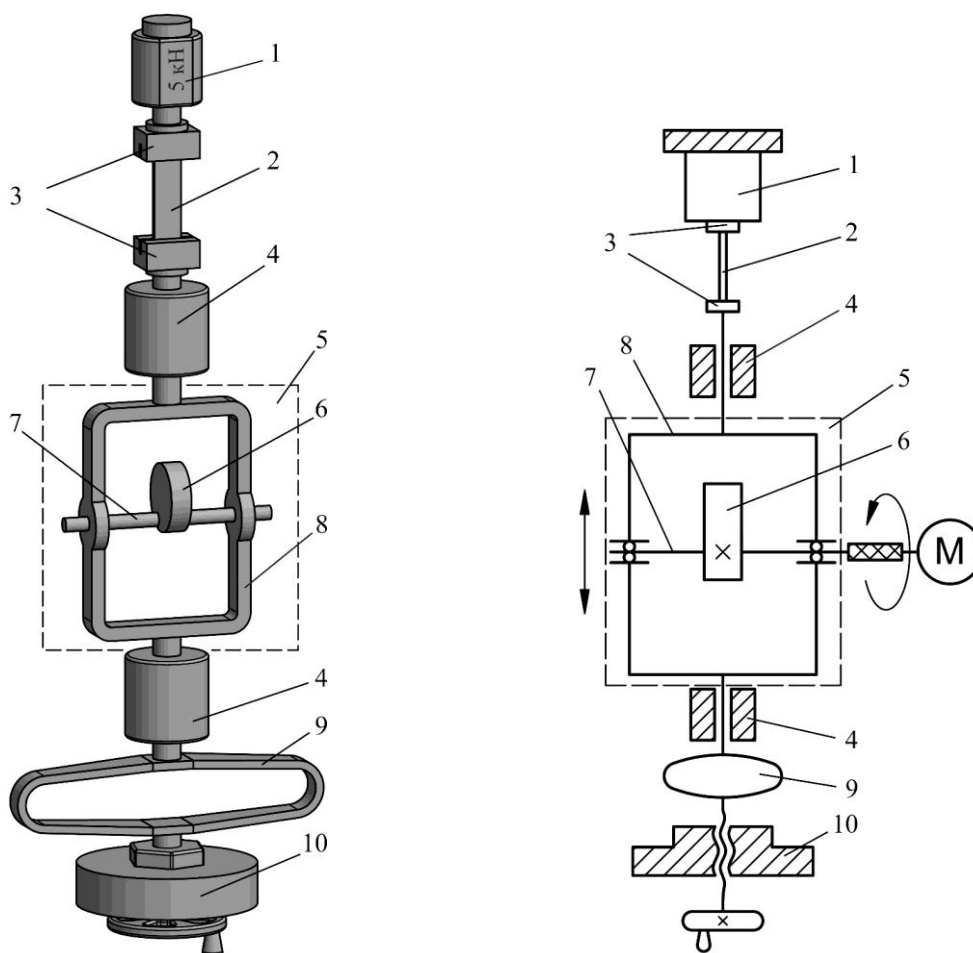


Рис. 1. Внешний вид и кинематическая схема установки:

- 1 – тензометрический динамометр; 2 – образец; 3 – захваты;
4 – верхняя и нижняя направляющие; 5 – вибратор; 6 – эксцентриковая масса;
7 – вал; 8 – корпус вибратора; 9 – пружина; 10 – механизм нагружения образца

упругой деформации. Коэффициент жесткости и длина хода пружины подобраны таким образом, что изменение длины образца в пределах упругой зоны намного меньше длины упругой деформации пружины. Это позволяет не принимать во внимание изменение растягивающей силы пружины из-за изменения ее длины согласно закону Гука.

Вибратор (рис. 1) необходим для циклического изменения действующей на образец силы F с максимальной амплитудой F_{max} . Вибратор состоит из корпуса δ , в котором на подшипниковых опорах вращается вал 7 , причем ось вращения вала расположена перпендикулярно оси, вдоль которой может перемещаться вибратор. На валу закреплена эксцентриковая масса $б$, представляющая собой груз, ось инерции которого, проходящая через цент масс, не совпадает с осью вращения вала. Вал приводится во вращение электродвигателем постоянного тока посредством гибкой муфты. Предусмотрена возможность плавной регулировки частоты вращения двигателя. Принцип работы состоит в следующем: на начальном этапе образец крепится в захватах. Вращением винта 10 задается начальная нагрузка, создающая в образце напряжения, не превышающие предел текучести материалов покрытия и подложки. Устанавливается определенная частота вращения электродвигателя, приводящего в движение вал. За счет разбалансировки на валу возникает центробежная сила, создающая амплитуду действующих на образец сил. Поскольку вибратор имеет возможность передвигаться поступательно только вдоль одной оси в опорах 4 , это приводит к возникновению циклически действующей на образец силы, изменяющейся по синусоидальному закону с частотой вращения вала вибратора в дополнение к начальной.

Для подтверждения справедливости использования методики определения напряжений в покрытии использовали численные методы. С этой целью решали задачу нахождения напряжений в образце, состоящем из двух слоев материалов, причем толщина слоя моделирующего покрытия была значительно меньше толщины слоя основы. Проскальзывание между материалами отсутствовало. Задача решалась с помощью программы *Comsol Multiphysics* в двумерной постановке, ширина образца условно равнялась единице.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Разберем динамические особенности работы вибратора.

Частота и амплитуда действующей на образец силы F_{max} связаны формулой:

$$F_{max} = m \cdot \omega^2 \cdot R = k \cdot \omega^2,$$

где m – масса груза на валу, кг;

ω – круговая частота, равная $2\pi n$;

n – частота вращения вала, об/с;

R – расстояние до центра масс груза, м;

k – коэффициент, характеризующий параметры вала вибратора.

Расчеты для груза с массой 100 г, центр масс которого находится на расстоянии 5 см от оси вала, и частотой колебаний 3000 циклов в минуту показали, что ампли-

туда циклически действующей силы будет составлять около 490 Н. В применяемых образцах такая сила будет создавать напряжения порядка 100 МПа. Этого достаточно для проведения испытаний такого рода, учитывая возможность изменения амплитуды как в меньшую, так и в большую сторону [2; 22]. Следует отметить, что при частотах и амплитудах, используемых при испытаниях, график нагружения представлял из себя практически идеальную синусоиду, что свидетельствует о достаточной динамической устойчивости установки.

Для проведения усталостных испытаний желательно, чтобы была возможность изменять амплитуду действующей силы, не затрагивая при этом частоту колебаний. Однако из формулы следует, что амплитуда силы пропорциональна как n , так и произведению m на R (коэффициент k). Значит, для изменения силы при постоянной частоте вращения вала необходим вал с другими значениями массы m и/или расстоянием до центра масс груза R .

Таким образом, амплитуда колебаний вибратора при заданной частоте вращения будет полностью определяться коэффициентом k .

Помимо осевых сил, в установке во время вращения вала присутствуют силы, действующие не вдоль оси нагружения. При определенных частотах это может приводить к возникновению нежелательного резонанса всей установки, что требует учитывать при её конструировании. Особые требования предъявляются к направляющим, которые должны выдерживать значительные динамические нагрузки.

Зная изменение силы, действующей на образец с течением времени, для однородного образца несложно найти напряжения, возникающие в материале, необходимые для вычисления характеристик сопротивления усталости. Однако для изучения свойств образцов с покрытиями приходится иметь дело с системой «покрытие – подложка», состоящей минимум из двух материалов. Напряжения в покрытии и основе, вызванные нагрузкой, в этом случае отличаются [23].

Отделение покрытия от основы связано с определенными трудностями [5], и поэтому очень сложно провести испытания одного покрытия, в связи с чем для вычисления характеристик усталости материала покрытия приходится прибегать к косвенным методам [24; 25].

Ранее в работе [2] с учётом, что деформация всего образца – как покрытия, так и подложки – одинаковая, и с применением закона Гука были установлены зависимости напряжений от площадей поперечного сечения, нагрузки и констант упругости (модуль Юнга E и коэффициент Пуассона μ) в материале покрытия и основы:

$$\sigma_{(1)} = \frac{E_1 \cdot A \cdot B \cdot F}{E_1 \cdot A \cdot B \cdot b \cdot t_1 + E_2 \cdot C \cdot D \cdot b \cdot t_2}, \quad (1)$$

$$\sigma_{(1)} = \frac{E_1 \cdot C \cdot D \cdot F}{E_1 \cdot A \cdot B \cdot b \cdot t_1 + E_2 \cdot C \cdot D \cdot b \cdot t_2}, \quad (2)$$

где t_1, t_2 – толщина покрытия и основы соответственно;

b – ширина образца;

F – растягивающая сила;

E_1, E_2 – модуль Юнга для покрытия и основы;

$$A = 1 + \mu_1^2; B = (1 - \mu_2)^2; C = 1 + \mu_2^2; D = (1 - \mu_1)^2;$$

μ_1, μ_2 – коэффициент Пуассона для покрытия и подложки соответственно.

Однако получаемые по формулам (1) и (2) значения отражают средние значения напряжений в материале [26].

Численным методом были рассчитаны напряжения, возникающие в образце при растяжении. Модельный образец представлял собой стальную пластинку толщиной 0,7 мм с нанесенным электролитическим хромом толщиной 0,05 мм, что составляло 7 % от толщины образца (рис. 2). Проскальзывание между покрытием и основой отсутствовало. Напряжения создавались с помощью растягивающей силы F , равной 1000 Н и приложенной к основе, что обусловило появление изгибающих напряжений.

На рис. 3 цветом показаны напряжения в образце, возникающие при действии растягивающей силы вдоль вертикальной оси, а также график изменения растягивающих напряжений по толщине образца l и значения 2 , полученные с использованием формул (1) и (2).

Результаты расчетов показывают, что среднее напряжение, возникающее в покрытии, равняется 1480 МПа,

что совпадает со средним значением, полученным аналитически из выражений (1) и (2). Хотя напряжения в покрытии и разные по всей толщине, погрешность их значений составляет ± 30 МПа, что соответствует 2 % от величины средних напряжений. Эта величина сопоставима с погрешностью измерений, и, как следствие, полученные выше аналитические выражения могут быть использованы для определения напряжений в покрытии.

Иная картина наблюдается, если покрытие имеет большую толщину относительно подложки. Увеличим толщину покрытия в 3 раза, до 0,15 мм, что соответствует 21 % от толщины подложки. Напряжения в покрытии в этом случае составят 795 ± 175 МПа, а отклонения от среднего значения, соответственно, 22 %, что не может считаться удовлетворительным результатом в испытаниях такого рода.

Моделирование величины внутренних напряжений еще раз подтвердило справедливость аналитически полученных выражений (1) и (2), но только в том случае, если образец имеет толщину основы, в несколько раз превышающую толщину осажденного покрытия.

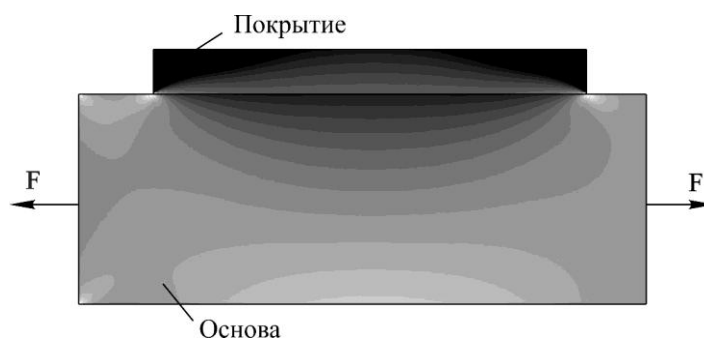


Рис. 2. Экспериментальный образец (цветом показан характер распределения напряжений в проекции на горизонтальную ось)

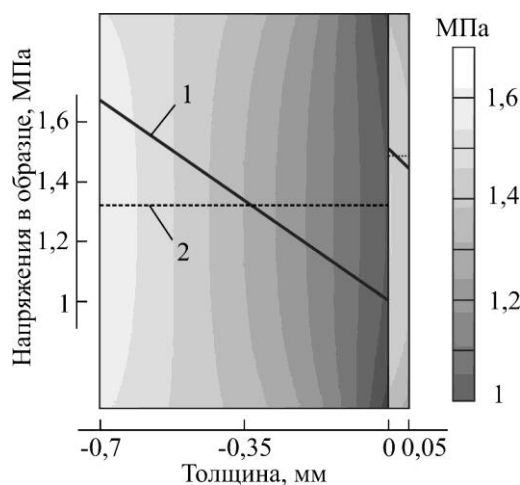


Рис. 3. Распределение напряжений в образце хрома на стальной подложке:

1 – значения, полученные численным методом;
2 – значения, полученные с помощью формул (1) и (2)

Использование этих выражений оправдано в том случае, если отношение толщины покрытия к толщине подложки не превосходит 7 %, поскольку только в этом случае можно не учитывать изменение напряжений по толщине покрытия.

Таким образом, предложенная установка может быть использована для определения растягивающих напряжений в покрытии при усталостных испытаниях без отделения покрытия от подложки.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Разработана конструкция экспериментальной установки для испытаний образцов с покрытиями с максимальной растягивающей силой 5000 Н и возможностью плавного изменения частоты колебаний.

2. Показано, что применение аналитически полученных выражений оправдано, если толщина покрытия составляет не более 7 % от толщины основы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Тушинский Л.И., Плохов А.В., Токарев А.О., Синдеев В.И. Методы исследования материалов. М.: Мир, 2004. 384 с.
2. Венедиктов Н.Л., Ковенский И.М., Черноморченко В.И. Экспериментальная техника и методика проведения испытаний гальванических покрытий при переменных нагрузках // Гальванотехника и обработка поверхности. 2014. Т. 22. № 3. С. 54–56.
3. Тушинский Л.И., Плохов А.В. Исследование структуры и физико-механических свойств покрытий. Новосибирск: Наука, 1986. 198 с.
4. Волков И.А., Коротких Ю.Г., Тарасов И.С., Шишулин Д.Н. Численное моделирование упругопластического деформирования и накопления повреждений в металлах при малоциклового усталости // Проблемы прочности. 2011. № 4. С. 147–165.
5. Ракицкий А.А. Исследование усталостной прочности деталей машин с термонапыленными порошковыми покрытиями в условиях циклического растяжения/сжатия // Вестник Барановичского государственного университета. Серия: Технические науки. 2016. № 4. С. 62–67.
6. Ракицкий А.А. Влияние видов нагружения на усталостную долговечность деталей с износостойкими покрытиями // Новости науки и технологий. 2016. № 1. С. 3–7.
7. Ковенский И.М., Поветкин В.В. Испытания гальванических покрытий. М.: Интермет Инжиниринг, 2001. 136 с.
8. Tushinsky L., Kovensky I., Plokhov A., Sindeev V., Rechedko P. Coated Metal. Structure and Properties of Metal Coating Compositions. Berlin, Heidelberg, New York: Springer-Verlag, 2002. 458 p.
9. Нураков С., Белоцерковский М.А., Аяганова А.Ж. Исследование сопротивления усталости деталей с напыленными покрытиями // Новости науки Казахстана. 2017. № 1. С. 127–135.
10. Максимович Г.Г., Шатинский В.Ф., Копылов В.И. Физико-химические процессы при плазменном напылении и разрушении материалов с покрытиями. Киев: Наука думка, 1983. 264 с.
11. Чаевский М.И., Шатинский В.Ф. Повышение работоспособности сталей в агрессивных средах при

циклическом нагружении. Киев: Наука думка, 1970. 310 с.

12. Карпенко Г.В., Похмурский В.И., Далисов В.Б. Влияние диффузионных покрытий на прочность стальных изделий. Киев: Наука думка, 1971. 167 с.
13. Васильев В.И., Овсянников В.Е., Некрасов Р.Ю., Темпель Ю.А. Влияние режимов диффузионного поверхностного легирования на толщину упрочненного слоя деталей транспортно-технологических машин из серого чугуна // СТИН. 2018. № 5. С. 33–35.
14. Калмуцкий В.С. Прочность и надежность деталей с металлопокрытиями // Проблемы прочности. 1980. № 9. С. 96–101.
15. Волков И.А., Игумнов Л.А., Тарасов И.С. Оценка усталостной долговечности материалов и конструкций при малоциклового нагружении // Вычислительная механика сплошных сред. 2017. Т. 10. № 1. С. 17–30.
16. Побировский В.И. Установка для испытания материалов на выносливость при низких температурах // Проблемы прочности. 1972. № 12. С. 118–119.
17. Тушинский Л.И., Тихомирова Л.Б., Муратов В.М. Стенд для исследования поведения стали при циклическом нагружении // Заводская лаборатория. 1973. № 4. С. 491–492.
18. Ерпалов А.В., Шефер Л.А., Рихтер Е.Е., Тараненко П.А. Усталостные испытания материалов и конструкций с использованием современного оборудования // Вестник Южно-Уральского государственного университета. Серия: Машиностроение. 2015. Т. 15. № 2. С. 70–80.
19. Распопина В.Б., Хакимджанов Р.Р. Учебная машина WP для испытания образцов на усталость // Молодежный вестник ИрГТУ. 2016. № 1. С. 6.
20. She M., He G., Zhang H., Zhang F. Dynamic strain aging in 321 stainless steel during low cycle fatigue test // Tongji Daxue Xuebao. 2014. Vol. 42. № 9. P. 1391–1394.
21. Park J.H., Myung M.S., Kim Y.J. High cycle tensile and fatigue test for thin Al-3 % Ti films // Sensors and actuators. 2008. Vol. 147. № 2. P. 561–569.
22. Arefinkina S.E., Denisov R.A., Morozov A.A., Surin V.I. Relationship between deformational activity of the surface and electric properties of materials // Modern problems of theory of machines. 2016. № 4. P. 177–183.
23. Гоц А.Н. Расчеты на прочность при переменных напряжениях. Владимир: Изд-во ВлГУ, 2012. 138 с.
24. Manoj V., Manohar Shenoy K., Gopinath K. Developmental studies on rolling contact fatigue test rig // Wear. 2008. Vol. 264. № 7-8. P. 708–718.
25. Tomaszewski T., Sempruch J. Verification of the fatigue test method applied with the use of mini specimen // Key Engineering Materials. 2014. Vol. 598. P. 243–248.
26. Венедиктов Н.Л., Венедиктов А.Н., Ковенский И.М. Испытания покрытий при переменных нагрузках // Известия высших учебных заведений. Нефть и газ. 2017. № 1. С. 95–98.

REFERENCES

1. Tushinsky L.I., Plokhov A.V., Tokarev A.O., Sindeev V.I. *Metody issledovaniya materialov* [Materials research methods]. Moscow, Mir Publ., 2004. 384 p.

2. Venediktov N.L., Kovensky I.M., Chernomorchenko V.I. Experimental methods for electrocoatings tests varying loads. *Galvanotekhnika i obrabotka poverkhnosti*, 2014, vol. 22, no. 3, pp. 54–56.
3. Tushinsky L.I., Plokhov A.V. *Issledovanie struktury i fiziko-mekhanicheskikh svoystv pokrytiy* [Study of the structure and physico-mechanical properties of coatings]. Novosibirsk, Nauka Publ., 1986. 198 p.
4. Volkov I.A., Korotkikh Yu.G., Tarasov I.S., Shishulin D.N. Numerical modeling of elastoplastic deformation and damage accumulation in metals under low-cycle fatigue conditions. *Strength materials*, 2011, vol. 43, no. 4, pp. 471–485.
5. Rakitsky A.A. Investigation of fatigue strength of machine components with thermal spray coatings under cyclic push/pull conditions. *Vestnik Baranovichskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Tekhnicheskie nauki*, 2016, no. 4, pp. 62–67.
6. Rakitsky A.A. Influence of loading conditions on a fatigue endurance for components with wear-resistant coatings. *Novosti nauki i tekhnologii*, 2016, no. 1, pp. 3–7.
7. Kovensky I.M., Povetkin V.V. *Ispytaniya galvanicheskikh pokrytiy* [Electroplating testing]. Moscow, Internet Inzhiniring Publ., 2001. 136 p.
8. Tushinsky L., Kovensky I., Plokhov A., Sindeev V., Rechedko P. *Coated Metal. Structure and Properties of Metal Coating Compositions*. Berlin, Heidelberg, New York, Springer-Verlag, 2002. 458 p.
9. Nurakov S., Belotserkovsky M.A., Ayaganova A.Zh. Study of fatigue resistance of parts with sprayed coatings. *Novosti nauki Kazakhstana*, 2017, no. 1, pp. 127–135.
10. Maksimovich G.G., Shatinsky V.F., Kopylov V.I. *Fiziko-khimicheskie protsessy pri plazmennom napylenii i razrushenii materialov s pokrytiyami* [Physico-chemical processes during plasma spraying and destruction of coated materials]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1983. 264 p.
11. Chaevsky M.I., Shatinsky V.F. *Povyshenie rabotosposobnosti staley v agressivnykh sredakh pri tsiklicheskom nagruzhении* [Improving the performance of steels in aggressive environments under cyclic loading]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1970. 310 p.
12. Karpenko G.V., Pokhmursky V.I., Dalisov V.B. *Vliyanie diffuzionnykh pokrytiy na prochnost' stalnykh izdeliy* [The effect of diffusion coatings on the strength of steel products]. Kiev, Naukova Dumka Publ., 1971. 167 p.
13. Vasil'ev V.I., Ovsyanikov V.E., Nekrasov R.Yu., Tempel' Yu.A. Influence of diffusional surface alloying on the hardenend-layer thickness for gray-iron machine parts. *Russian Engineering Research*, 2018, no. 5, pp. 33–35.
14. Kalmutskii V.S. Strength and reliability of parts with metal coatings. *Strength of Materials*, 1980, vol. 12, no. 9, pp. 1162–1169.
15. Volkov I.A., Igumnov L.A., Tarasov I.S. Evaluating fatigue life of materials and structures under low-cycle loading. *Vychislitel'naya mekhanika sploshnykh sred*, 2017, vol. 10, no. 1, pp. 17–30.
16. Pobirovskii V.I. A unit for fatigue testing of materials at low temperatures. *Strength of Materials*, 1972, vol. 4, no. 12, pp. 1539–1541.
17. Tushinsky L.I., Tikhomirova L.B., Muratov V.M. A stand for studying the behavior of steel under cyclic loading. *Zavodskaya laboratoriya*, 1973, no. 4, pp. 491–492.
18. Erpalov A.V., Shefer L.A., Rikhter E.E., Taranenko P.A. Fatigue tests of materials and structures using modern equipment. *Vestnik Yuzhno-Uralskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Mashinostroenie*, 2015, vol. 15, no. 2, pp. 70–80.
19. Raspopina V.B., Khakimdzhanov R.R. Training equipment WP for fatigue test. *Molodezhnyi vestnik IrGTU*, 2016, no. 1, p. 6.
20. She M., He G., Zhang H., Zhang F. Dynamic strain aging in 321 stainless steel during low cycle fatigue test. *Tongji Daxue Xuebao*, 2014, vol. 42, no. 9, pp. 1391–1394.
21. Park J.H., Myung M.S., Kim Y.J. High cycle tensile and fatigue test for thin Al-3 % Ti films. *Sensors and actuators*, 2008, vol. 147, no. 2, pp. 561–569.
22. Arefinkina S.E., Denisov R.A., Morozov A.A., Surin V.I. Relationship between deformational activity of the surface and electric properties of materials. *Modern problems of theory of machines*, 2016, no. 4, pp. 177–183.
23. Gots A.N. *Raschet'y na prochnost' pri peremennykh napryazheniyakh* [Strength calculations at alternating voltages]. Vladimir, VIGU Publ., 2012. 138 p.
24. Manoj V., Manohar Shenoy K., Gopinath K. Developmental studies on rolling contact fatigue test rig. *Wear*, 2008, vol. 264, no. 7-8, pp. 708–718.
25. Tomaszewski T., Sempruch J. Verification of the fatigue test method applied with the use of mini specimen. *Key Engineering Materials*, 2014, vol. 598, pp. 243–248.
26. Venediktov N.L., Venediktov A.N., Kovensky I.M. Tests coatings under variable loads. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Neft' i gaz*, 2017, no. 1, pp. 95–98.

THE PLANT FOR TESTING COATINGS SAMPLES UNDER VARIABLE LOADS

© 2019

A.N. Venediktov, PhD (Engineering)

N.L. Venediktov, PhD (Engineering), Associate Professor
Tyumen Industrial University, Tyumen (Russia)

Keywords: electrolytic coatings; fatigue tests; coating fatigue; coating stresses; variable loads.

Abstract: While in operation, the parts with the applied coatings often work under variable loads, which affects the service life of the products. Many papers deal with the study of fatigue properties of such products, however, the study of the influence of variable loads on the structure and properties of the coatings has a fragmented nature. As the determination of fatigue characteristics of samples with the applied coatings is still important, the goal of this paper is to develop the design of the plant for fatigue tests and the technique of testing the samples with coatings under the variable loads.

To develop the technique of fatigue tests, the authors created a unique design plant. When developing the plant, the authors considered the fact that the loading of a sample should be regular that the base and the substrate materials will experience stresses constant along the full length of a sample.

Using the analytical solution of the strength task, the authors developed the technique of determining the stresses in a coating and a substrate. To prove the appropriateness of using the suggested technique, the numerical methods were used. For this purpose, using the *Comsol Multiphysics* software in a 2-D setup, the authors were solving the task of determining stresses in a sample consisted of two layers of the materials.

In the result of the study, the authors developed the design of an experimental plant for testing samples with coatings with the maximum tensile force of 5000 N and the possibility of smooth change of vibrational frequency.

The authors developed and tested the technique of testing samples with coatings without separation of a coating from a substrate. The study showed that the application of the described technique is reasonable if the thickness of a coating is not more than 7 % of the thickness of a substrate.

ВЛИЯНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ЖЕЛЕЗА НА КРИСТАЛЛИЗАЦИЮ АМОРФНОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ Co-Fe-B-Nb

© 2019

Н.А. Волков, аспирант, младший научный сотрудник

Г.Е. Абросимова, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник
Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка (Россия)

Ключевые слова: аморфные сплавы; нанокристаллические сплавы; структура нанокристаллических сплавов; кристаллизация аморфных сплавов; рентгеноструктурный анализ.

Аннотация: В современном мире происходит постоянное совершенствование технических приспособлений, для создания которых требуются материалы с лучшими функциональными свойствами. Одними из таких материалов являются аморфные и нанокристаллические сплавы на основе железа и кобальта. Благодаря высоким магнитным характеристикам они хорошо зарекомендовали себя в областях радио- и микроэлектроники. Также известно, что путем формирования в таких сплавах частично-кристаллической структуры эти свойства можно улучшить. Однако стандартным способом изотермического отжига такую структуру сформировать не всегда удастся, поэтому для замедления процесса кристаллизации в состав сплавов добавляют легирующие компоненты. Различное содержание внесенных компонентов влияет также на последовательность фазовых превращений при кристаллизации, а так как большинство свойств является структурно-зависимыми, то формирующаяся структура определяет и характеристики материала. Поэтому установление зависимости образующейся структуры в аморфных сплавах после термообработки является важной задачей физики конденсированного состояния.

Методом рентгенографии изучена кристаллизация аморфных сплавов системы Co-Fe-B-Nb. Кристаллизация образцов проводилась с помощью изотермических отжига сплавов с разным содержанием компонентов при одинаковых условиях. Установлена зависимость образующейся структуры от содержания легирующего компонента. Показано, что образующаяся структура существенно зависит от концентрации железа. При содержании железа 10 ат. % и 16 ат. % структура состоит из нанокристаллов кубического кобальта и твердого раствора железа в кобальте. При уменьшении концентрации до 5 ат. % механизм кристаллизации изменяется: кристаллизация начинается с выделения кристаллов борида $Co_{23}B_6$. Обсуждаются причины влияния концентрации железа в составе сплава на кристаллизацию.

ВВЕДЕНИЕ

С постоянным развитием технологий возрастает спрос на материалы с высокими функциональными свойствами. Для бурно развивающейся в наше время микроэлектроники такими материалами являются аморфные сплавы на основе железа и кобальта, обладающие магнитно-мягкими свойствами [1; 2]. Для получения материалов с желаемым комплексом магнитных свойств подбираются специальные составы. В качестве основы используется один из базовых сплавов на основе железа, кобальта или никеля, в котором есть аморфизаторы (как правило, кремний и бор), а также легирующие компоненты. В случае кобальтовых сплавов основой является система Co-Si-B. Известно, что аморфные сплавы этой системы обладают рядом хороших магнитных свойств, которые могут быть улучшены при формировании в них частично-кристаллической структуры [3–5]. В тройной системе нанокристаллическая структура не образуется, поэтому для формирования нанокристаллов вводят компоненты, способствующие повышению скорости зарождения кристаллов и уменьшению скорости их роста. В таком многокомпонентном аморфном сплаве с помощью разного рода внешних воздействий (термообработка, прокатка, облучение и др.) можно сформировать структуру, состоящую из аморфной матрицы и хаотично расположенных кристаллов. Как уже отмечено, в тройном сплаве типа Co-Si-B получить такую структуру путем простой термообработки не удастся, поэтому в сплав добавляются дополнительные легирующие компоненты с малым коэффициентом диффузии, которые позволяют замедлить

процесс диффузии и роста образующихся кристаллов. С одной стороны, добавление легирующего компонента способствует образованию наноструктуры, но, с другой стороны, эти компоненты могут значительно повлиять на свойства материалов, ухудшив их. Введение легирующего компонента может существенно менять свойства материала.

Исследованию структуры и свойств нанокристаллических материалов этого типа посвящено много работ. Например, на начальной стадии кристаллизации аморфных сплавов на основе Fe-Si-B выделяются кристаллы твердого раствора кремния в железе α -Fe(Si) со структурой $D0_3$, равномерно распределенные в аморфной матрице [6]. Добавление к базовому составу меди и ниобия приводит к ухудшению магнитных свойств. В ряде работ исследовалось влияние легирования разными компонентами на структуру и свойства этих сплавов [6; 7]. Добавление кобальта (частичная замена железа на кобальт) приводит к улучшению высокочастотных свойств и температуры Кюри [8; 9], частичная замена железа на марганец способствует заметному повышению температуры кристаллизации и замедляет этот процесс [10; 11]. Замещение железа никелем также приводит к небольшому изменению стабильности аморфной фазы и, что более существенно, к увеличению среднего размера кристаллов [12; 13]. Согласно исследованиям [14], уменьшение размера нанокристаллов и улучшение магнитных свойств наблюдаются при замене атомов железа на другие компоненты в последовательности Nb>Ta>Mo>W>V>Cr. Изучалось влияние замены или изменения концентрации других компонентов

сплава. Частичное замещение ниобия титаном способствует расширению температурной области существования фазы α -Fe(Si), увеличению намагниченности и уменьшению коэрцитивной силы [15], при частичной замене ниобия вольфрамом или молибденом размер нанокристаллов увеличивается [16]. Частичная замена меди на золото облегчает зарождение α -Fe(Si) фазы, уменьшая энергию активации ее кристаллизации [17], а частичная замена бора на германий приводит к увеличению доли нанокристаллической фазы [18], что способствует улучшению магнитных свойств.

Известно значительное количество работ [19–21], посвященных изучению влияния легирующего компонента на свойства материала, в то же время исследований изменения структуры при легировании разными компонентами сравнительно мало. К примеру, в работе [22] отмечалось, что добавление в состав сплава даже 1 ат. % легирующего компонента может привести к изменению процесса кристаллизации, и появится возможность наблюдать фазу, не соответствующую фазовой диаграмме данной системы. В случае сплавов на основе кобальта с железом такой фазой является фаза с ОЦК структурой, которую раньше не наблюдали при малых концентрациях железа. Существуют различные мнения о том, какова же структура наблюдаемой фазы. В работе [20] обсуждался вопрос, имеют ли выделяющиеся нанокристаллы ОЦК решетку (пространственная группа $Im\bar{3}m$) или представляют собой выделения фазы со структурой B2 (примитивная кубическая решетка пространственной группы $Pm\bar{3}m$). Проблема при решении этого вопроса связана с близкими значениями рассеивающей способности атомов железа и кобальта, что сильно затрудняет возможность различить эти фазы.

Было высказано предположение, что основанием для формирования фазы с ОЦК решеткой в сплавах на основе кобальта могут служить кластеры на основе ниобия. Такие кластеры, существующие в аморфной фазе, могут быть потенциальными местами зарождения фазы с такой же, как у ниобия, решеткой (объемно-центрированной). Области, упорядоченные по типу образующихся при кристаллизации фаз, наблюдались в разных аморфных сплавах [23; 24]. Если эта гипотеза верна, то причиной формирования ОЦК фазы является наличие областей с родственной кристаллической решеткой. В настоящее время исследования, позволяющие с определенностью ответить на этот вопрос, продолжаются.

Поскольку свойства материала являются структурно-чувствительными, исследования изменения структуры при легировании разными компонентами нужны для получения материалов с новым комплексом физико-химических свойств, необходимых для промышленного применения. Настоящая работа посвящена исследованию влияния концентрации легирующего компонента (железа) на структуру и фазовые превращения в аморфном сплаве на основе кобальта. Определение влияния концентрации легирующих компонентов на образующуюся структуру, а также зависимости свойств от образующейся структуры важно для создания материалов с необходимыми свойствами.

Цель работы – исследование кристаллизации аморфных сплавов системы Co-Fe-B-Nb после изотермических отжигов при различной концентрации легирующего компонента (железа).

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Для исследований были отобраны аморфные сплавы, полученные скоростной закалкой расплава на быстро движущуюся подложку, скорость охлаждения составляла 10^6 K/s. Полученная таким методом лента обладала следующими геометрическими параметрами: толщина – 35–50 мкм, ширина – 1 см. Состав лент контролировался с помощью рентгеноспектрального анализа на сканирующем электронном микроскопе Zeiss Supra 50VP. Состав полученных аморфных лент на основе кобальта: $Co_{56}Fe_{16}Nb_8B_{20}$, $Co_{62}Fe_{10}Nb_8B_{20}$, $Co_{67}Fe_5Nb_8B_{20}$.

Исходные аморфные образцы подвергались изотермическому отжигу при температурах 400–550 °С, после чего образующаяся структура исследовалась методом рентгенографии. Рентгеноструктурные исследования проводились на дифрактометре SIEMENS D-500 с использованием $Co K_{\alpha}$ -излучения. Для обработки спектров применялись специальные программы, позволяющие проводить сглаживание, коррекцию фона, разделение перекрывающихся максимумов и др. Анализ рентгенограмм и идентификация фаз, образующихся после термообработки, проводились с использованием банка эталонов JCPDS (прежнее название ASTM).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

После проведения закалки расплава все образцы были аморфными. Отжиг при температуре ниже 500 °С не приводил к кристаллизации аморфной фазы. При дальнейшем повышении температуры начинается кристаллизация. После изотермического отжига при температуре 550 °С образцы являлись частично-кристаллическими. После такой термообработки все образцы содержали аморфную и кристаллические фазы. Однако фазовый состав оказался разным и зависел от концентрации железа в сплаве. На рис. 1 представлены рентгенограммы образцов после изотермического отжига при 550 °С.

По полученным рентгенограммам видно, что при уменьшении концентрации железа с 16 до 10 ат. % (кривые 3 и 2 на рис. 1 соответственно) структура не меняется. В этих сплавах при кристаллизации происходит выделение нанокристаллов Co, причем одновременно образуются две кубические модификации (рис. 2, рис. 3).

Одной из них является ГЦК-Co – высокотемпературная модификация кобальта. Хотя фаза ГЦК-Co стабильна при температурах выше 427 °С, присутствие кристаллов ГЦК-Co часто наблюдается при кристаллизации не только аморфных сплавов, но и в традиционных кристаллических сплавах. Помимо ГЦК-Co в сплаве присутствуют кристаллы с ОЦК решеткой, представляющие собой твердый раствор Co(Fe). Важно отметить, что параметр решетки твердого раствора составляет 2,837 Å, что заметно меньше известного в литературе значения 2,857 Å. Если проанализировать размеры атомов, входящих в состав сплава (радиусы металлических компонентов сплава составляют 1,253, 1,241 и 1,429 Å для кобальта, железа и ниобия соответственно), становится понятно, что твердый раствор обеднен ниобием (либо вообще не содержит ниобия) и может быть также обогащен бором.

Следует отметить еще один важный момент. Изменение содержания железа даже в этой концентрационной

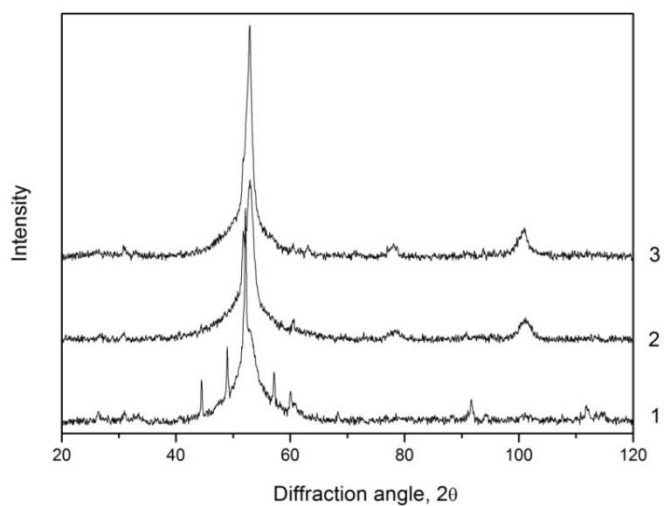


Рис. 1. Рентгенограммы образцов после изотермического отжига:
 1 – $Co_{67}Fe_5Nb_8B_{20}$; 2 – $Co_{62}Fe_{10}Nb_8B_{20}$; 3 – $Co_{56}Fe_{16}Nb_8B_{20}$

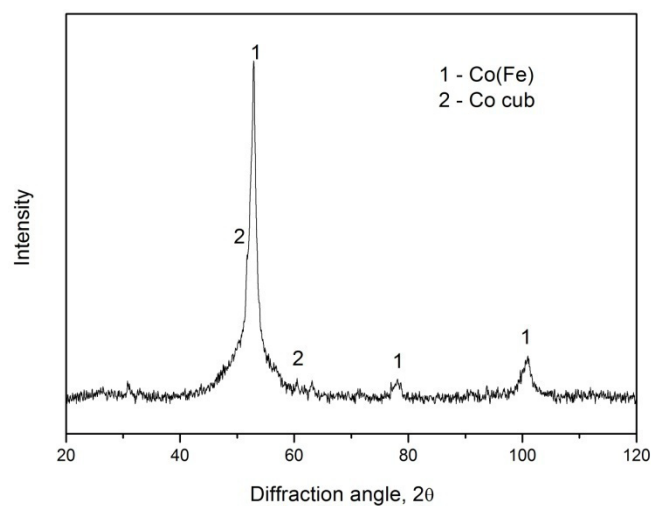


Рис. 2. Рентгенограмма сплава $Co_{56}Fe_{16}Nb_8B_{20}$ после изотермического отжига и фазового анализа

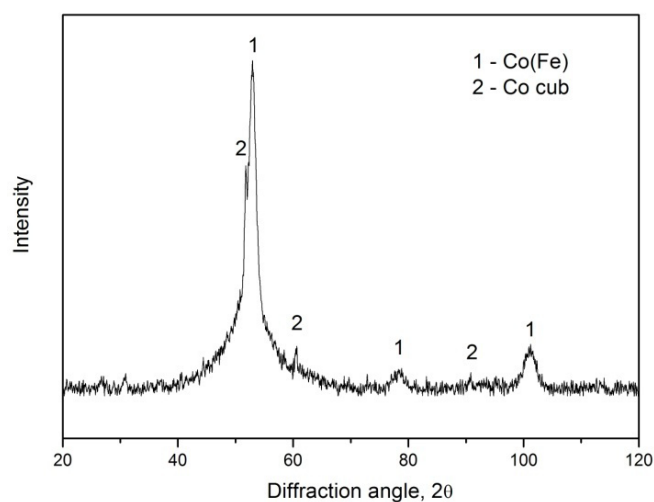


Рис. 3. Рентгенограмма сплава $Co_{62}Fe_{10}Nb_8B_{20}$ после изотермического отжига и фазового анализа

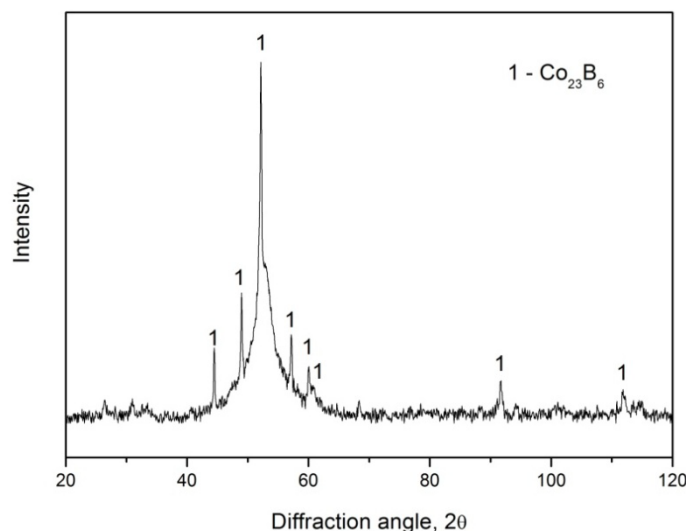


Рис. 4. Рентгенограмма сплава $Co_{67}Fe_5Nb_8B_{20}$ после изотермического отжига и фазового анализа

области приводит к изменению доли кристаллических фаз. Если проанализировать интенсивность отражений на кривых 2 и 3 рис. 1, то видно, что с увеличением концентрации железа доля ОЦК фазы возрастает.

При уменьшении концентрации железа до 5 ат. % структура резко меняется. После начала кристаллизации указанных выше фаз ГЦК-Со и ОЦК твердого раствора обнаружено не было. В образцах с 5 ат. % железа после отжига все так же присутствовала аморфная фаза, однако кристаллическая составляющая структуры оказалась другой. В этих образцах кристаллизация начинается с выделения кристаллов фазы $Co_{23}B_6$ (рис. 4). Важно отметить, что дифракционные отражения на рентгенограмме являются существенно более узкими, что указывает на формирование кристаллов большего размера.

Проведенное исследование показало, что кристаллизация аморфных сплавов системы Со-Fe-B-Nb существенно зависит от концентрации железа, причем при изменении его содержания происходит изменение как фазового состава, так и доли разных структурных составляющих.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

На основании полученных результатов можно сделать вывод о том, что выделение кристаллической фазы на первом этапе кристаллизации в сплавах системы Со-Fe-B-Nb существенно зависит от концентрации железа. При уменьшении концентрации железа в сплаве доля ОЦК фазы уменьшается. При малом содержании железа кристаллизация начинается с выделения фазы $Co_{23}B_6$, а при увеличении содержания железа кристаллизация идет с выделением двух фаз: ГЦК-Со и ОЦК твердого раствора Со(Fe).

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичной поддержке РФФИ (проект 19-02-00406).

Статья подготовлена по материалам докладов участников IX Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2019) с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 9–13 сентября 2019 года.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chunchu V., Markandeyulu G.M. Magnetoimpedance studies in as quenched $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_8CuV_{3-x}AlNb_x$ // Journal of Applied Physics. 2013. Vol. 113. № 17. P. 17A321.
2. Xiang R., Zhou Sh., Dong B., Zhang G., Li Z., Wang Y., Chang Ch. Effect of Co addition on crystallization and magnetic properties of FeSiBPC alloys // Progress in Natural Science: Materials International. 2014. Vol. 24. № 6. P. 649–654.
3. Greer A.L. Partially or fully devitrified alloys for mechanical properties // Materials Science and Engineering. 2001. Vol. 304-306. № 1-2. P. 68–72.
4. Louzguine D.V., Inoue A. Crystallization Behaviour of Al-Based Metallic Glasses below and above glass transition temperature // Journal of Non-Crystalline Solids. 2002. Vol. 311. № 3. P. 281–293.
5. Aronin A.S., Abrosimova G.E. Reverse martensite transformation in iron nanocrystals under severe plastic deformation // Materials Letters. 2012. Vol. 83. P. 183–185.
6. Herzer G. Nanocrystalline soft magnetic materials // Physica Scripta. 1993. Vol. 1993. № T49A. P. 307–314.
7. Weltscha Z., Klama K., Lovas A. The comparison of hardness and coercivity evolution in various Fe–B based glasses (including FINEMET precursor) during relaxation and crystallization // Acta Physica Polonica A. 2017. Vol. 131. № 4. P. 669–671.
8. Gheiratmand T., Hosseini H.R.M., Davami P., Gjoka M., Loizos G., Aashuri H. Effect of annealing on soft magnetic behavior of nanostructured $(Fe_{0.5}Co_{0.5})_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ ribbons // Journal of Alloys and Compounds. 2014. Vol. 582. P. 79–82.
9. Shivaee H.A., Samadi M., Alihosseini H., Madaah Hosseini H.R. Nanocrystallization kinetics and magnetic properties of the melt spun amorphous $(Fe_{0.5}Co_{0.5})_{77}Si_{11}B_9Cu_{0.6}Nb_{2.4}$ alloy // Thermochimica Acta. 2014. Vol. 575. P. 64–69.
10. Bayri N., Izgi T., Gencer H., Sovák P., Gunes M., Atalay S. Crystallization kinetics of $Fe_{73.5-x}Mn_xCu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ ($x=0, 1, 3, 5, 7$) amorphous alloys // Journal of Non-Crystalline Solids. 2009. Vol. 355. № 1. P. 12–16.

11. Balcerski J., Brzozowski R., Wasiak M., Polański K., Moneta M. TEM, XRD and DSC analysis of thin films and foils of FeSiBNb alloys doped with Mn // *Vacuum*. 2009. Vol. 83. № SUPPL. 1. P. S182–S185.
12. Yoshizawa Y., Fujii S., Ping D.H., Ohnuma M., Hono K. Magnetic properties of nanocrystalline FeMCuNbSiB alloys (M: Co, Ni) // *Scripta Materialia*. 2003. Vol. 48. № 7. P. 863–868.
13. Agudo P., Vázquez M. Influence of Ni on the structural and magnetic properties of $Ni_xFe_{73.5-x}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ ($0 \leq x \leq 25$) alloys // *Journal of Applied Physics*. 2005. Vol. 97. № 2. P. 023901.
14. Yoshizawa Y., Yamauchi K. Magnetic properties of Fe-CuMSiB (M = Cr, V, Mo, Nb, Ta, W) alloys // *Materials Science and Engineering A*. 1991. Vol. 133. № C. P. 176–179.
15. Yan M., Tong H., Tao S., Liu J. Structural and magnetic properties of $Fe_{73.5}Cu_1Nb_{3-x}Ti_xSi_{13.5}B_9$ ($x \leq 3$) alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2010. Vol. 505. № 1. P. 264–267.
16. Lu W., Fan J., Wang Y., Yan B. Microstructure and magnetic properties of $Fe_{72.5}Cu_1M_2V_2Si_{13.5}B_9$ (M=Nb, Mo, (NbMo), (MoW)) nanocrystalline alloys // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2010. Vol. 322. № 19. P. 2935–2937.
17. Chau N., Hoa N.Q., The N.D., Vu L.V. The effect of Zn, Ag and Au substitution for Cu in Finemet on the crystallization and magnetic properties // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2006. Vol. 303. № 2 SPEC. ISS. P. e415–e418.
18. Muraca D., Cremaschi V., Moya J., Sirkin H. FINE-MENT type alloy without Si: Structural and magnetic properties // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2008. Vol. 320. № 9. P. 1639–1644.
19. Abrosimova G.E., Matveev D.V., Pershina E.A., Aronin A.S. Effect of treatment conditions on parameters of nanocrystalline structure in Al-based alloys // *Materials Letters*. 2016. Vol. 183. P. 131–134.
20. Conde C.F., Blázquez J.S., Conde A. Nanocrystallization Process of the Hitpern Fe-Co-Nb-B Alloys // *Properties and Application of Nanocrystalline Alloys from amorphous Precursor*. The Netherlands: Kluwer Academic Publ., 2005. P. 111–121.
21. Nagase T. Formation of various types of globules in CoCuSiB immiscible alloy with amorphous phase // *Materials Transactions*. 2016. Vol. 57. № 2. P. 156–162.
22. Abrosimova G.E., Volkov N.A., Orlova N.N., Aronin A.S. BCC nanocrystal formation in an amorphous Co-Si-B-Fe-Nb alloy on heating // *Materials Letters*. 2018. Vol. 219. P. 97–99.
23. Абросимова Г.Е., Аронин А.С., Асадчиков В.Е., Серебряков А.В. Эволюция структуры аморфных сплавов Fe-B и Co-Fe-Si-B при нагреве ниже температуры кристаллизации // *Физика металлов и металлургия*. 1986. Т. 62. № 3. С. 496–502.
24. Louzguine D.V., Kato H., Kim H.S., Inoue A. Formation of 2–5 nm size pre-precipitates of cF96 phase in a Hf-Co-Al glassy alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2003. Vol. 359. № 1-2. P. 198–201.
25. Xiang R., Zhou Sh., Dong B., Zhang G., Li Z., Wang Y., Chang Ch. Effect of Co addition on crystallization and magnetic properties of FeSiBPC alloys. *Progress in Natural Science: Materials International*, 2014, vol. 24, no. 6, pp. 649–654.
26. Greer A.L. Partially or fully devitrified alloys for mechanical properties. *Materials Science and Engineering*, 2001, vol. 304-306, no. 1-2, pp. 68–72.
27. Louzguine D.V., Inoue A. Crystallization Behaviour of Al-Based Metallic Glasses below and above glass transition temperature. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2002, vol. 311, no. 3, pp. 281–293.
28. Aronin A.S., Abrosimova G.E. Reverse martensite transformation in iron nanocrystals under severe plastic deformation. *Materials Letters*, 2012, vol. 83, pp. 183–185.
29. Herzer G. Nanocrystalline soft magnetic materials. *Physica Scripta*, 1993, vol. 1993, no. T49A, pp. 307–314.
30. Weltscha Z., Klama K., Lovas A. The comparison of hardness and coercivity evolution in various Fe-B based glasses (including FINEMET precursor) during relaxation and crystallization. *Acta Physica Polonica A*, 2017, vol. 131, no. 4, pp. 669–671.
31. Gheiratmand T., Hosseini H.R.M., Davami P., Gjoka M., Loizos G., Aashuri H. Effect of annealing on soft magnetic behavior of nanostructured $(Fe_{0.5}Co_{0.5})_{73.5}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ ribbons. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 582, pp. 79–82.
32. Shivaee H.A., Samadi M., Alihosseini H., Madaah Hosseini H.R. Nanocrystallization kinetics and magnetic properties of the melt spun amorphous $(Fe_{0.5}Co_{0.5})_{77}Si_{11}B_9Cu_{0.6}Nb_{2.4}$ alloy. *Thermochimica Acta*, 2014, vol. 575, pp. 64–69.
33. Bayri N., Izgi T., Gencer H., Sovák P., Gunes M., Atalay S. Crystallization kinetics of $Fe_{73.5-x}Mn_xCu_1Nb_3Si_{13.5}B_9$ ($x=0, 1, 3, 5, 7$) amorphous alloys. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 2009, vol. 355, no. 1, pp. 12–16.
34. Balcerski J., Brzozowski R., Wasiak M., Polański K., Moneta M. TEM, XRD and DSC analysis of thin films and foils of FeSiBNb alloys doped with Mn. *Vacuum*, 2009, vol. 83, no. SUPPL. 1, pp. S182–S185.
35. Yoshizawa Y., Fujii S., Ping D.H., Ohnuma M., Hono K. Magnetic properties of nanocrystalline FeMCuNbSiB alloys (M: Co, Ni). *Scripta Materialia*, 2003, vol. 48, no. 7, pp. 863–868.
36. Agudo P., Vázquez M. Influence of Ni on the structural and magnetic properties of $Ni_xFe_{73.5-x}Si_{13.5}B_9Nb_3Cu_1$ ($0 \leq x \leq 25$) alloys. *Journal of Applied Physics*, 2005, vol. 97, no. 2, p. 023901.
37. Yoshizawa Y., Yamauchi K. Magnetic properties of FeCuMSiB (M = Cr, V, Mo, Nb, Ta, W) alloys. *Materials Science and Engineering A*, 1991, vol. 133, no. C, pp. 176–179.
38. Yan M., Tong H., Tao S., Liu J. Structural and magnetic properties of $Fe_{73.5}Cu_1Nb_{3-x}Ti_xSi_{13.5}B_9$ ($x \leq 3$) alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2010, vol. 505, no. 1, pp. 264–267.
39. Lu W., Fan J., Wang Y., Yan B. Microstructure and magnetic properties of $Fe_{72.5}Cu_1M_2V_2Si_{13.5}B_9$ (M=Nb, Mo, (NbMo), (MoW)) nanocrystalline alloys. *Journal of Applied Physics*, 2013, vol. 113, no. 17, pp. 17A321.

REFERENCES

1. Chunchu V., Markandeyulu G.M. Magnetoimpedance studies in as quenched $Fe_{73.5}Si_{13.5}B_8CuV_{3-x}AlNb_x$.

- Magnetism and Magnetic Materials*, 2010, vol. 322, no. 19, pp. 2935–2937.
17. Chau N., Hoa N.Q., The N.D., Vu L.V. The effect of Zn, Ag and Au substitution for Cu in Finemet on the crystallization and magnetic properties. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2006, vol. 303, no. 2 SPEC. ISS, pp. e415–e418.
 18. Muraca D., Cremaschi V., Moya J., Sirkin H. FINE-MENT type alloy without Si: Structural and magnetic properties. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2008, vol. 320, no. 9, pp. 1639–1644.
 19. Abrosimova G.E., Matveev D.V., Pershina E.A., Aronin A.S. Effect of treatment conditions on parameters of nanocrystalline structure in Al-based alloys. *Material Letters*, 2016, vol. 183, pp. 131–134.
 20. Conde C.F., Blázquez J.S., Conde A. Nanocrystallization Process of the Hitpern Fe-Co-Nb-B Alloys. *Properties and Application of Nanocrystalline Alloys from amorphous Precursor*. The Netherlands, Kluwer Academic Publ., 2005, pp. 111–121.
 21. Nagase T. Formation of various types of globules in CoCuSiB immiscible alloy with amorphous phase. *Materials Transactions*, 2016, vol. 57, no. 2, pp. 156–162.
 22. Abrosimova G.E., Volkov N.A., Orlova N.N., Aronin A.S. BCC nanocrystal formation in an amorphous Co-Si-B-Fe-Nb alloy on heating. *Materials Letters*, 2018, vol. 219, pp. 97–99.
 23. Abrosimova G.Ye., Aronin A.S., Asadchikov V.Ye., Se-rebraykov A.V. Evolution of the structure of amorphous alloys Fe-B and Co-Fe-Si-B during heating below the crystallization point. *Physics of Metals and Metallography*, 1986, vol. 62, no. 3, pp. 70–76.
 24. Louzguine D.V., Kato H., Kim H.S., Inoue A. Formation of 2–5 nm size pre-precipitates of cF96 phase in a Hf–Co–Al glassy alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2003, vol. 359, no. 1-2, pp. 198–201.

EFFECT OF IRON CONCENTRATION ON CRYSTALLIZATION OF AN AMORPHOUS ALLOY OF Co-Fe-B-Nb SYSTEM

N.A. Volkov, postgraduate student, junior researcher
G.E. Abrosimova, Doctor of Science (Physics and Mathematics), chief researcher
Institute of Solid State Physics RAS, Chernogolovka (Russia)

Keywords: amorphous alloys; nanocrystalline alloys; structure of nanocrystalline alloys; crystallization of amorphous alloys; X-ray diffraction analysis.

Abstract: In the modern world, technical devices are being constantly improved, creation of which requires materials with the best functional properties. Amorphous and nanocrystalline iron- and cobalt-based alloys are some of such materials. They have proved to be good in the fields of radio- and microelectronics, due to the fact they have high magnetic characteristics. It is also known that these properties can be improved by the formation of a partially crystalline structure in such alloys. However, such a structure cannot always be formed using a standard method of isothermal annealing; therefore, alloying components are added to the alloy composition to slow down the crystallization process. Different content of added components also affects the sequence of phase transformations during crystallization. As most of the properties are structure-dependent, the formed structure also determines the material characteristics. Therefore, establishment of the dependence of the formed structure in amorphous alloys after heat treatment is an important task of condensed matter physics.

The crystallization of the amorphous alloys of Co-Fe-B-Nb system was studied by X-ray diffraction. The samples were crystallized using isothermal annealing of the alloys with different content of components under the same conditions. The dependence of the formed structure on the content of an alloying component is determined. It is shown that the formed structure significantly depends on the concentration of iron. With the iron content of 10 at.% and 16 at.%, the structure consists of cubic cobalt nanocrystals and a solid solution of iron in cobalt. With a decrease in the concentration to 5 at.%, the crystallization mechanism changes: crystallization begins with the precipitation of Co_{23}B_6 boride crystals. The reasons for the effect of iron concentration in the alloy composition on crystallization are discussed.

ФОРМИРОВАНИЕ БАНКА ПОХОДОК ПОЛЗАЮЩЕГО ПОИСКОВОГО РОБОТА С УПРАВЛЯЕМЫМ ТРЕНИЕМ В ОПОРАХ

© 2019

Л.Ю. Ворочаева, кандидат технических наук,
доцент кафедры механики, мехатроники и робототехники
Юго-Западный государственный университет, Курск (Россия)

С.И. Савин, кандидат технических наук,
старший научный сотрудник лаборатории мехатроники, управления и прототипирования
Университет Иннополис, Иннополис (Россия)

Ключевые слова: ползающий поисковый робот; режимы управления; банк походок; инерционные походки; управляемые походки; комбинированные походки; управление трением.

Аннотация: В работе рассматривается трехзвенный ползающий змееподобный робот, звенья которого последовательно соединены друг с другом двухкоординатными шарнирами. Робот оснащен четырьмя опорами с управляемым коэффициентом трения между ними и поверхностью. Устройство предназначено для передвижения внутри зданий после чрезвычайных происшествий с целью поиска под завалами людей и транспортировки им предметов первой необходимости. Движение робота осуществляется при управлении оператором в двух режимах: последовательном выполнении команд (вперед, назад, поворот и т. д.) и перемещении из начальной точки в конечную. Для работы в каждом из режимов управления требуется использование банка походок устройства.

Разработаны классификации походок ползающего робота по нескольким критериям: по возможности периодического отрыва звеньев от поверхности, по возможности управления трением в опорах, по комбинациям управляемых опор, по типу реализуемого движения устройства. Детально рассмотрены управляемые плоские походки робота при перемещении его вперед, выделено четыре типа походок: продольная, поперечная, поперечная *s*-образная, продольно-поперечная. Для каждой походки разработана последовательность этапов, сформулированы условия их начала и завершения, накладываемые на движения звеньев связи, определен вектор обобщенных координат.

В результате численного моделирования построены графики траекторий центров масс звеньев и центра масс всего устройства для каждой походки, а также графики временных зависимостей углов поворота звеньев. Установлено влияние углов взаимного расположения звеньев на преодолеваемое роботом расстояние. Выявлено, что за одно и то же время движения робот пройдет наибольшее расстояние при продольной походке независимо от углов взаимного расположения звеньев, это же расстояние устройство сможет преодолеть при двух видах поперечных походок при максимально возможном угле взаимного расположения звеньев.

ВВЕДЕНИЕ

В современном мире все чаще при возникновении природных и техногенных катастроф, таких как землетрясения, пожары, наводнения, террористические акты, для проведения спасательных, поисковых, разведывательных работ в полностью или частично разрушенных зданиях используются ползающие змееподобные роботы. Это обусловлено их хорошей проходимость по недетерминированной поверхности при наличии препятствий, а также высокой маневренностью и способностью проникать в пространства ограниченного объема.

В настоящее время большое число работ российских и зарубежных ученых посвящено тематике ползающих змееподобных роботов. Во многих из них рассматриваются некоторые узкие вопросы, связанные с методами генерации походок [1–3], разработкой алгоритмов работы систем управления [4–9], подходами к разработке математических моделей [10; 11] и т. д. В то же время встречаются и комплексные работы [12–15], в которых исследованы вопросы разработки математической модели, формирования походки, настройки работы системы управления и проведения численных или натурных экспериментов.

В работе рассматривается ползающий робот, предназначенный для проведения спасательных работ в зданиях после чрезвычайных ситуаций. К таким работам относятся поиск под завалами или в помещениях лю-

дей, транспортировка к ним средств связи со спасателями, средств первой медицинской помощи, средств первой необходимости и т. д.

Цель исследования – разработка банка походок змееподобного ползающего робота на основании их классификации и исследование управляемых плоских походок, обеспечивающих перемещение устройства вперед.

ОПИСАНИЕ ПОЛЗАЮЩЕГО РОБОТА

Расчетная схема робота приведена на рис. 1. Устройство представляет собой трехзвенный механизм, звенья $i=1-3$ которого длинами l_i и массами m_i последовательно соединены между собой двухкоординатными шарнирами 4 и 5. Звено 2 будем называть корпусом, а звенья 1 и 3 – боковыми. В крайних точках звеньев O_1-O_4 установлены опорные элементы 6–9 с управляемым коэффициентом трения (f_{\min} и f_{\max}) между ними и поверхностью.

Конструкция и принцип работы таких опор описаны в [16–19], а их использование позволяет опорам периодически фиксироваться на поверхности при максимальном коэффициенте трения и скользить по поверхности при минимальном:

$$x_{O_i}, y_{O_i} = \text{const}, \text{ если } f = f_{\max}, \\ x_{O_i}, y_{O_i} \neq \text{const}, \text{ если } f = f_{\min}.$$

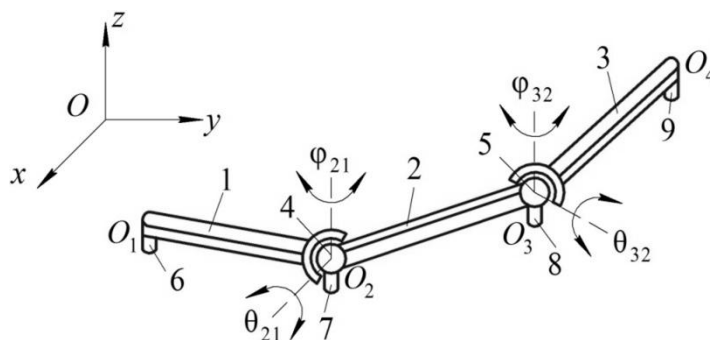


Рис. 1. Расчетная схема трехзвенного ползающего робота

Положение каждого звена в пространстве $Oxyz$ описывается координатами его центра масс – точки C_i , являющейся центром симметрии звена, и углами φ_i и θ_i поворота звеньев в горизонтальной и вертикальной плоскостях. Углы φ_i отсчитываются от оси Ox против часовой стрелки, а углы θ_i – от плоскости Oxy к оси Oz . Такое описание положения звеньев робота допустимо ввиду того, что хотя бы одно из них во время движения лежит в плоскости Oxy . На рис. 1 показаны оси поворота звеньев на относительные углы:

$$\varphi_{21} = \varphi_2 - \varphi_1, \quad \varphi_{32} = \varphi_3 - \varphi_2,$$

$$\theta_{21} = \theta_2 - \theta_1, \quad \theta_{32} = \theta_3 - \theta_2.$$

Вектор обобщенных координат устройства можно записать следующим образом:

$$\mathbf{q} = x_c^* \quad y_c^* \quad z_c^* \quad \varphi_1 \quad \varphi_2 \quad \varphi_3 \quad \theta_1 \quad \theta_2 \quad \theta_3^T,$$

где x_c^* , y_c^* , z_c^* – координаты центра масс звена, лежащего в плоскости Oxy .

В случае если на поверхности находятся несколько звеньев, то в качестве базового для определения вектора \mathbf{q} используется то, от которого наиболее удобно осуществлять моделирование движения робота.

СПОСОБЫ УПРАВЛЕНИЯ ТРЕХЗВЕННЫМ ПОЛЗАЮЩИМ РОБОТОМ

Данное устройство работает при взаимодействии с оператором, которое может быть реализовано в двух режимах: один из них заключается в последовательном, пошаговом задании направления движения и реализуемого поведения (движение вперед, поворот направо, разворот на n -е число градусов и т. д.), а при втором оператор задает конечную точку пространства, которой должен достичь робот.

Для реализации движения робота при связи с оператором в двух режимах необходимо решать прямую и обратную задачи динамики на основании банка походок устройства. Будем считать, что походки состоят из серий циклически повторяющихся этапов движения. Каждый этап характеризуется определенными перемещениями звеньев, накладываемыми на их движения связями, а также условиями начала и завершения.

Осуществление движения устройства в первом режиме управления предполагает моделирование прямой задачи динамики, в результате решения которой будут выявлены закономерности различных походок змееподобного робота, установлены зависимости между направлением движения, скоростью перемещения объекта, «коридором» (т. е. минимальной шириной пространства, свободного от препятствий), в котором происходит движение, и управляющими моментами приводов. Второй режим движения требует решения обратной задачи динамики, когда система управления робота выбирает походку, при помощи которой будет реализовано движение, или комбинацию походок в зависимости от поверхности, по которой необходимо перемещаться. В результате решения обратной задачи динамики будут определены законы моментов, которые должны быть сгенерированы приводами робота.

В данной работе решено остановиться непосредственно на разработке банка походок устройства, которые в дальнейшем будут использоваться для решения прямой и обратной задач динамики при моделировании перемещения робота.

ФОРМИРОВАНИЕ БАНКА ПОХОДОК ТРЕХЗВЕННОГО ПОЛЗАЮЩЕГО РОБОТА И ИХ КЛАССИФИКАЦИЯ

Все походки исследуемого робота можно подразделить на два класса: реализуемые без отрыва звеньев от поверхности (плоские походки) и с периодическим отрывом звеньев от поверхности (пространственные походки). В обоих классах походок можно выделить инерционные, комбинированные и управляемые. Инерционные походки осуществляются при отсутствии управления коэффициентом трения в опорах ($f=f_{\min}$ во время всех этапов) за счет чередования быстрых и медленных движений. Такие походки были рассмотрены в работах [20–22]. Комбинированные походки реализуются путем сочетания этапов движения, во время одних из которых осуществляется управление коэффициентом трения и фиксирование некоторых опор на поверхности, при этом $f=f_{\max}$, а во время других робот совершает инерционные движения без фиксации опор на поверхности, при этом $f=f_{\min}$. Управляемые походки отличаются от ранее рассмотренных тем, что во время каждого из их этапов какие-либо две опоры зафиксированы на поверхности ($f=f_{\max}$) за счет управления коэффициентом трения.

Наибольший интерес представляют именно управляемые походки, поэтому в дальнейшем остановимся только на их рассмотрении. Будем считать, что отрыва звеньев устройства от поверхности не происходит. Тогда управляемые плоские походки можно подразделить на три типа в зависимости от управляемых опор.

Для походок первого типа характерно сочетание этапов, во время которых происходит управление опорами O_2 и O_3 корпуса, с этапами, на которых осуществляется управление крайними опорами боковых звеньев O_1 и O_4 . Это означает, что фиксация на поверхности корпуса сочетается с фиксацией на поверхности двух крайних опор, причем в последнем случае ни одно из звеньев не располагается на поверхности статично, а происходит изменение конфигурации робота. Второй тип походок осуществляется при попеременном управлении опорами O_2 и O_3 корпуса и опорами O_1 и O_2 (или O_3 и O_4) боковых звеньев. Это приводит к попеременной фиксации на поверхности корпуса или одного из боковых звеньев. К третьему типу относятся походки, во время которых осуществляется управление опорами боковых звеньев: O_1 и O_2 звена 1 и O_3 и O_4 звена 3, эти звенья попеременно фиксируются на поверхности.

Каждый из типов управляемых походок требует проведения своего исследования, в рамках данной работы ограничимся только третьим типом походок. Походки этого типа можно классифицировать по виду реализуемых движений на две группы: перемещение вперед и поворот. При этом каждая группа движений может быть осуществлена с использованием различных походок, отличающихся числом этапов, накладываемыми на звенья связями и реализуемыми ими движениями. Условно для реализации первой группы движений можно выделить четыре типа походок, которые и рассматриваются в данной работе:

- $p=1$ – продольная;
- $p=2$ – поперечная;
- $p=3$ – поперечная s -образная;
- $p=4$ – продольно-поперечная.

УПРАВЛЯЕМЫЕ ПЛОСКИЕ ПОХОДКИ ПРИ ПЕРЕМЕЩЕНИИ РОБОТА ВПЕРЕД

Каждая из разработанных управляемых походок ползающего робота в плоскости Oxy состоит из двух этапов n , начальные положения устройства во время которых приведены в таблице 1.

В момент начала первого этапа углы наклона звеньев к оси Ox обозначены как φ_i^{01} , а в момент начала второго – как φ_i^{02} , на пиктограммах в таблице 1 данные углы не показаны, но их значения и соотношения прописаны в тексте. Следует отметить, что в начальные моменты этапов звенья 1 и 3 объекта параллельны между собой. В таблице 1 зафиксированные на этапе звенья закрашены черным. При всех рассматриваемых походках во время первого этапа ($n=1$) на поверхности зафиксировано звено 1, а во время второго ($n=2$) – звено 3, что можно описать следующими формулами:

$$f_{O1,O2} = \begin{cases} f_{\max}, & \text{если } (p=1-4) \wedge (n=1), \\ f_{\min}, & \text{если } (p=1-4) \wedge (n=2), \end{cases} \quad (1)$$

$$f_{O3,O4} = \begin{cases} f_{\max}, & \text{если } [(p=1-4) \wedge (n=2)], \\ f_{\min}, & \text{если } [(p=1-4) \wedge (n=1)]. \end{cases} \quad (2)$$

Это приводит к наложению на движение звеньев робота связей, которые можно записать в виде

$$\left. \begin{aligned} x_{C1} &= \text{const} \\ y_{C1} &= \text{const} \\ \varphi_1 &= \text{const} \end{aligned} \right\} \text{если } (p=1-4) \wedge (n=1), \quad (3)$$

$$\left. \begin{aligned} x_{C3} &= \text{const} \\ y_{C3} &= \text{const} \\ \varphi_3 &= \text{const} \end{aligned} \right\} \text{если } (p=1-4) \wedge (n=2). \quad (4)$$

В таблице 1 показаны направления вращения звеньев на каждом из этапов, помимо этого на рис. 2 приведены поэтапные диаграммы угловых скоростей, где «1» означает вращение против часовой стрелки, а «-1» – по часовой стрелке.

В качестве точки, движение которой на плоскости исследуется, будем рассматривать центр масс устройства – точку C :

$$x_C = \frac{\sum_{i=1}^3 m_i x_{Ci}}{\sum_{i=1}^3 m_i}, \quad y_C = \frac{\sum_{i=1}^3 m_i y_{Ci}}{\sum_{i=1}^3 m_i}.$$

Рассмотрим реализацию каждой походки более подробно. Следует отметить, что для удобства описания походок положение какого-либо из звеньев в момент начала одного из этапов принимается параллельным оси Ox или оси Oy .

При продольной походке ($p=1$) движение центра масс робота происходит вдоль звена 2, в представленном в таблице 1 случае это направление совпадает с направлением оси Ox , так как $\varphi_2^{01} = -\pi$. Углы звеньев 1 и 3 в момент начала первого этапа связаны между собой соотношением $\varphi_3^{01} = -\pi - \varphi_1^{01}$. Во время этого этапа на поверхности зафиксировано звено 1, звенья 2 и 3 вращаются против часовой стрелки до тех пор, пока не будут выполнены условия: $\varphi_2^{02} = \varphi_2^{01} + \pi$, $\varphi_1^{02} = \pi - \varphi_3^{02}$. На втором этапе зафиксировано звено 3, а звенья 1 и 2 поворачиваются против часовой стрелки до тех пор, пока объект не примет положение, аналогичное начальному положению первого этапа, углы звеньев 1 и 3 при этом будут на 2π больше соответствующих значений в момент начала первого этапа.

Поперечная походка ($p=2$) робота начинается из положения, при котором звенья 1 и 3 параллельны оси Oy , $\varphi_3^{01} = -\varphi_1^{01} = \pi/2$, на поверхности зафиксировано звено 1. Движение устройства при такой походке происходит вдоль оси Oy . Во время первого этапа звенья 2 и 3 поворачиваются в противоположных направлениях (звено 2 против часовой стрелки) при сохранении ориентации звена 3 ($\varphi_3 = \text{const}$) до выполнения условий $\varphi_2^{02} = -\varphi_2^{01}$, $\varphi_3^{02} = -\varphi_1^{02} = \pi/2$. Во время второго этапа на поверхности

Таблица 1. Положения робота в начальные моменты этапов при управляемых плоских походках при перемещении вперед

Походка	Начальное положение	
	этап $n=1$	этап $n=2$
Продольная ($p=1$)		
Поперечная ($p=2$)		
Поперечная s-образная ($p=3$)		
Продольно-поперечная ($p=4$)		

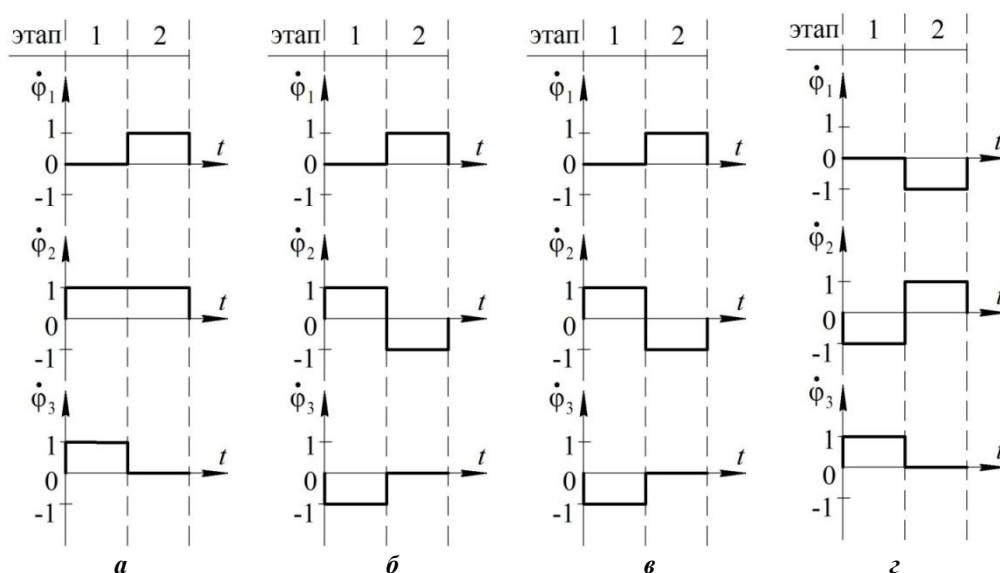


Рис. 2. Диаграммы $\dot{\varphi}_i(t)$ при управляемых походках:

а – продольная; *б* – поперечная; *в* – поперечная *s*-образная; *г* – продольно-поперечная

зафиксировано звено 3, а звенья 1 и 2 поворачиваются также в противоположных направлениях, только теперь звено 2 движется по часовой стрелке, при неизменной ориентации звена 1 ($\varphi_1 = \text{const}$) до выполнения условий, соответствующих началу первого этапа.

При поперечной *s*-образной походке ($p=3$) робот также движется вдоль оси Oy . В момент начала первого этапа звенья 1 и 3 располагаются параллельно оси Ox : $\varphi_3^{01} = \varphi_1^{01} = 0$. Во время первого этапа при фиксации на поверхности звена 1 происходит поворот звена 2 против часовой стрелки, а звена 3 – по часовой стрелке при сохранении его ориентации ($\varphi_3 = \text{const}$), при котором наблюдается «перебрасывание» звеньев 2 и 3 относительно звена 1 до тех пор, пока не станут справедливыми условия $\varphi_3^{01} = \varphi_1^{01} = 0$, $\varphi_2^{02} = -\varphi_2^{01}$. После этого на поверхности фиксируется звено 3 и происходит «перебрасывание» звеньев 1 и 2 относительно звена 3 путем их поворота в противоположных направлениях (звена 2 по часовой стрелке, а звена 1 – против часовой) с сохранением ориентации звена 1 ($\varphi_1 = \text{const}$). Второй этап завершается при выполнении условий, соответствующих началу первого этапа.

Продольно-поперечная походка ($p=4$) позволяет роботу совершать движение вдоль двух осей Ox и Oy одновременно. В начальный момент первого этапа звенья 1 и 3 робота располагаются параллельно оси Ox под углами $\varphi_1^{01} = \varphi_3^{01} = 0$, на поверхности зафиксировано звено 1. Звенья 2 и 3 поворачиваются в противоположных направлениях (звено 2 по часовой стрелке, а звено 3 – против часовой стрелки), «отодвигая» звенья 2 и 3 от звена 1, до тех пор, пока не будут выполняться условия: $\varphi_2^{02} = \pi/2$, $\varphi_1^{02} = \varphi_3^{02} = 0$, причем во время данного этапа звено 3 сохраняет свою ориентацию в плоскости Oxy ($\varphi_3 = \text{const}$). После этого начинается второй этап, во время которого на поверхности фиксируется звено 3, а звенья 1 и 2 поворачиваются в противоположных на-

правлениях (звено 2 теперь движется против часовой стрелки), «подтягиваясь» к звену 3 до справедливости условий, соответствующих началу первого этапа. Угол звена 1 при этом остается постоянным ($\varphi_1 = \text{const}$).

Путем обобщения накладываемых при движении устройства связей, обусловленных сохранением ориентации отдельных звеньев, можно записать следующие условия:

$$\varphi_3 = \text{const} \text{ если } (p = 2 - 4) \wedge (n = 1),$$

$$\varphi_1 = \text{const} \text{ если } (p = 2 - 4) \wedge (n = 2).$$

Следует отметить, что во всех предложенных походках, за исключением продольной, на каждом из этапов ориентация звена 1 или 3 поддерживается постоянной. Такое условие невозможно обеспечить при продольной походке, так как при этом будет наблюдаться самопересечение механизма. Тогда связи, накладываемые на звенья устройства во время первого этапа движения, описываются формулами (1) и (3), а во время второго этапа – формулами (2) и (4).

Можно записать вектор обобщенных координат, меняющийся в зависимости от этапов походок:

$$\mathbf{q} = \begin{cases} (\varphi_2 \quad \varphi_3)^T, & \text{если } (p = 1 - 4) \wedge (n = 1), \\ (\varphi_1 \quad \varphi_2)^T, & \text{если } (p = 1 - 4) \wedge (n = 2). \end{cases}$$

МОДЕЛИРОВАНИЕ ДВИЖЕНИЯ ПОЛЗАЮЩЕГО РОБОТА

Проведем моделирование движения робота при реализации им четырех ранее приведенных походок, обеспечивающих перемещение устройства вперед. На рис. 3 показаны графики траекторий центров масс звеньев (кривые 1–3), а также центра масс всей системы (кривая 4) при осуществлении двух этапов движения.

Моделирование проводилось для случая, когда углы наклона звеньев в моменты начала и завершения этапов

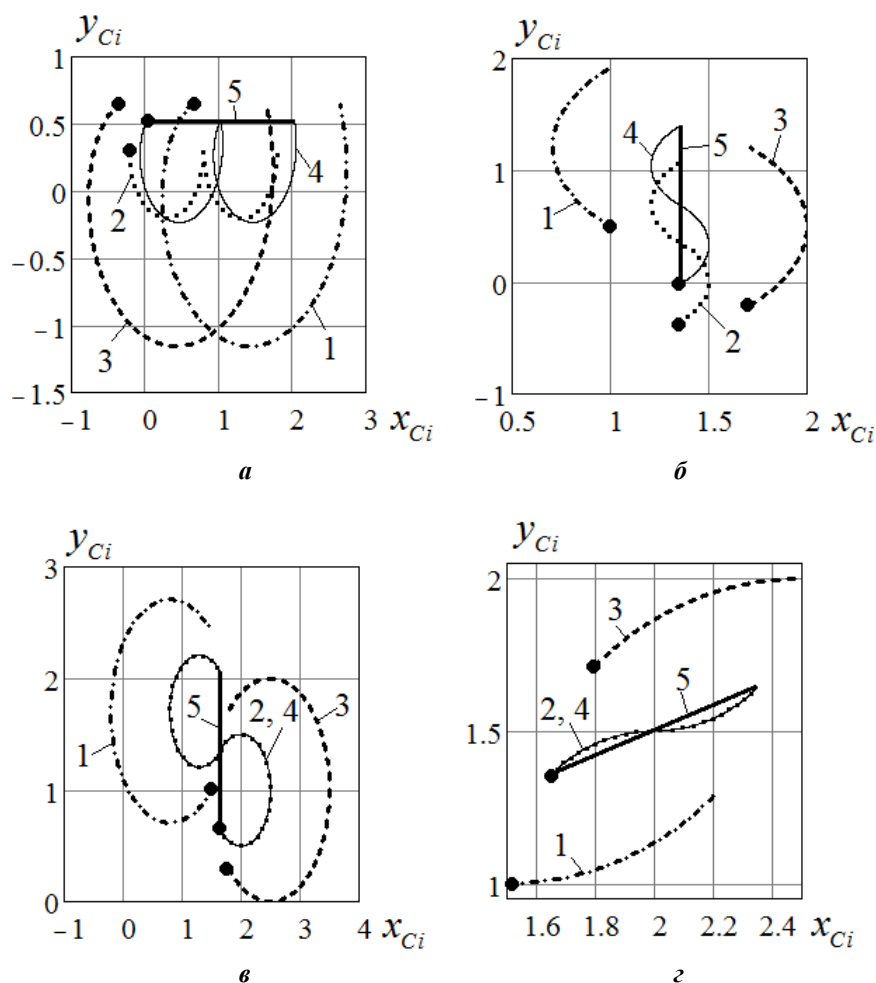


Рис. 3. Графики траекторий центров масс $y_{Ci}(x_{Ci})$:
а – продольная походка; *б* – поперечная походка;
в – поперечная s-образная походка; *г* – продольно-поперечная походка;
 1 – звено 1; 2 – звено 2; 3 – звено 3; 4 – робот;
 5 – расстояние L , пройденное точкой C

в случае их непараллельности оси Ox или Oy принимались кратным углу $\pi/4$. Положения центров масс звеньев в момент начала первого этапа показаны точками. Помимо этого на данных графиках показано расстояние L , пройденное центром масс робота за два этапа движения (прямая 5). Будем считать, что это расстояние вычисляется по формуле

$$L = \sqrt{(x_{Ck} - x_{Cn})^2 + (y_{Ck} - y_{Cn})^2},$$

где x_{Cn} , y_{Cn} – координаты точки C в момент начала первого этапа;

x_{Ck} , y_{Ck} – координаты точки C в момент завершения второго этапа.

Следует отметить, что при продольной походке $y_{Cn} = y_{Ck}$, а при поперечных – $x_{Cn} = x_{Ck}$. По приведенным на рис. 3 графикам видно, что при продольной походке траектория центра масс не пересекает прямую 5, а имеет с ней общие точки в моменты начала и завершения этапов. При всех остальных типах походок зависимость $y_C(x_C)$ и прямая 5 пересекаются в момент завершения

первого этапа, причем кривая $y_C(x_C)$ расположена симметрично относительно прямой 5.

На рис. 4 представлены временные зависимости изменения углов ориентации звеньев устройства. При всех походках, за исключением продольной, значение угла звена 2 в момент начала первого этапа и в момент завершения второго равны между собой. При продольной походке этот угол монотонно увеличивается. При поперечной s-образной и продольно-поперечной походках углы звеньев 1 и 3 во время двух этапов движения робота равны между собой и неизменны, эти звенья параллельны оси Ox . При поперечной походке для углов наклона звеньев 1 и 3 справедливо равенство $\varphi_1 = -\varphi_3$, данные звенья параллельны оси Oy .

Взаимное расположение звеньев робота в моменты начала и завершения этапов влияют на расстояние L , которое проходит центр масс устройства за два этапа движения. Для удобства исследований введем понятие угла φ^* , определяющего взаимную ориентацию звеньев робота, но не являющегося относительным углом между ними, данный угол показан на пиктограммах в таблице 1. На рис. 5 представлены зависимости расстояния L от угла φ при четырех рассматриваемых походках.

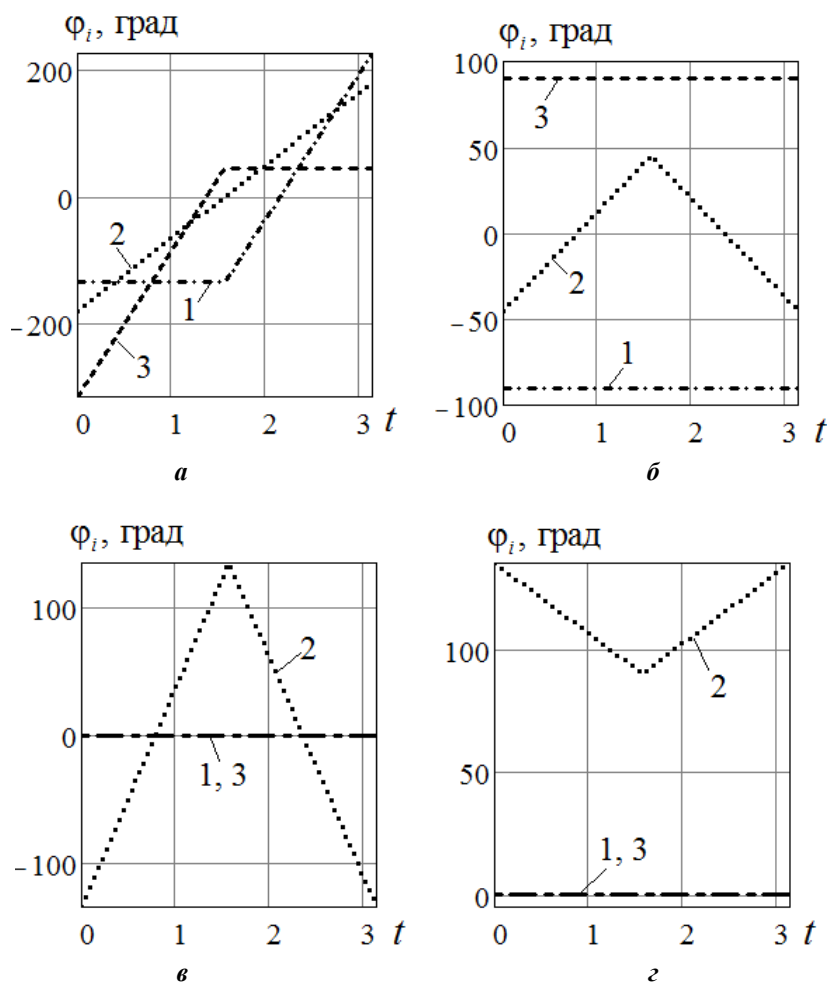


Рис. 4. Графики $\varphi_i(t)$: а – продольная походка; б – поперечная походка; в – поперечная s-образная походка; г – продольно-поперечная походка; 1 – $i=1$; 2 – $i=2$; 3 – $i=3$

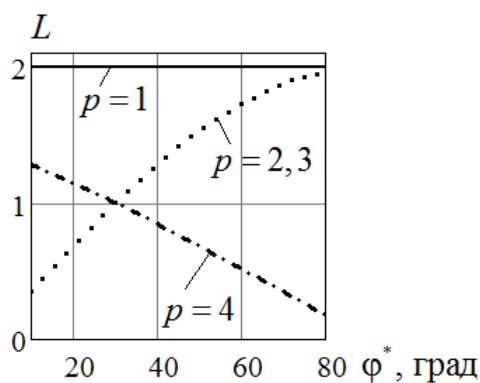


Рис. 5. Графики зависимостей $L(\varphi^*)$ для четырех походок ползающего робота

На графиках видно, что расстояние, преодолеваемое центром масс робота при продольной походке, не зависит от угла φ^* . При двух поперечных походках расстояние L монотонно возрастает с увеличением угла φ^* , а при продольно-поперечной походке убывает пропорционально росту значения φ^* . Также можно сделать вывод о том, что скорость перемещения робота является наибольшей при продольной походке, этого же значения скорость будет достигать при наибольшем из рассмотренных углов φ^* при поперечной и поперечной s-образной походках.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Разработана расчетная схема трехзвенного ползающего робота с управляемыми опорными элементами, предназначенного для поисковых и спасательных работ в зданиях после чрезвычайных ситуаций. Предложены два режима управления устройством при его взаимодействии с оператором: последовательное выполнение команд и передвижение из заданной начальной точки в заданную конечную. Установлено, что при обоих режимах управления необходимо использование банка

походок устройства. Разработаны классификации походок робота в зависимости от наличия/отсутствия отрыва звеньев от поверхности; от наличия/отсутствия управления трением в опорах; от комбинаций опор, фиксируемых на поверхности; от варианта движения устройства (вперед или поворот). Разработаны четыре походки, обеспечивающие передвижение робота вперед при управлении трением в опорах боковых звеньев и при движении всех звеньев робота в плоскости: продольная, поперечная, поперечная s -образная и продольно-поперечная. Для этих походок выделены этапы движения, сформулированы условия их начала и завершения, указаны накладываемые на звенья связи, определены обобщенные координаты, построены диаграммы направлений вращения звеньев. Проведено моделирование походок устройства, построены графики траекторий движения центров масс звеньев, а также временные зависимости углов поворота звеньев. Установлено влияние угла ϕ^* взаимного расположения звеньев робота на расстояние, преодолеваемое центром масс объекта во время каждой из походок.

Работа выполнена в рамках Гранта Президента МК-200.2019.1.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Conkur E.S., Gurbuz R. Path Planning Algorithm for Snake-Like Robots // *Information Technology and Control*. 2008. Vol. 37. № 2. P. 159–162.
- Takemori T., Tanaka M., Matsuno F. Gait Design for a Snake Robot by Connecting Curve Segments and Experimental Demonstration // *IEEE Transactions on Robotics*. 2018. № 9. P. 1–8.
- Fu Q., Mitchel T., Yi N., Gart S., Li C. Snake robot's poor 3-D obstacle traversal reveals snake's better stability mechanisms // *APS March Meeting 2018*. 2018. Vol. 63. № 1. Abs. ID: BAPS.2018.MAR.B50.6.
- Ouyang W., Li C., Ren Q., Li P. Steering control of a snake robot with environment uncertainties // *13th IEEE Conference on Industrial Electronics and Applications (ICIEA)*. Wuhan, 2018. P. 998–1003.
- Nakajima M., Tanaka M., Tanaka K., Matsuno F. Motion control of a snake robot moving between two non-parallel planes // *Advanced Robotics*. 2018. Vol. 32. № 10. P. 559–573.
- Zhao X., Dou L., Su Z., Liu N. Study of the Navigation Method for a Snake Robot Based on the Kinematics Model with MEMS IMU // *Sensors*. 2018. Vol. 18. № 3. P. 879.
- Cao Z., Xiao Q., Huang R., Zhou M. Robust Neuro-Optimal Control of Underactuated Snake Robots with Experience Replay // *IEEE transactions on neural networks and learning systems*. 2018. Vol. 29. № 1. P. 208–217.
- Matsuo T., Ishii K. Adaptive motion control system of a snake-like robot using a neural oscillator network // *IEEE Joint 7th International Conference on Soft Computing and Intelligent Systems (SCIS) and 15th International Symposium on Advanced Intelligent Systems (ISIS)*. Kitakyushu, 2014. P. 253–258.
- Li G., Li W., Zhang J., Zhang H. Analysis and Design of Asymmetric Oscillation for Caterpillar-Like Locomotion // *Journal of Bionic Engineering*. 2015. Vol. 12. № 2. P. 190–203.
- Соболев Н.А., Сорокин К.С. Экспериментальное исследование змееподобных движений трехзвенного механизма // *Известия РАН. Теория и системы управления*. 2006. № 5. С. 168–176.
- Malayjerdi M., Akbarzadeh A. Analytical modeling of a 3-D snake robot based on sidewinding locomotion // *International Journal of Dynamics and Control*. 2019. Vol. 7. № 1. P. 83–93.
- Сорокин К.С. Управление перемещением трехзвенника на плоскости с трением // *Известия РАН. Теория и системы управления*. 2009. № 3. С. 165–176.
- Luo M., Yan R., Wan Z., Qin Y., Santoso J., Skorina E.H., Onal C.D. OriSnake: Design, Fabrication, and Experimental Analysis of a 3-D Origami Snake Robot // *IEEE Robotics and Automation Letters*. 2018. Vol. 3. № 3. P. 1993–1999.
- Manzoor S., Cho Y.G., Choi Y. Neural Oscillator Based CPG for Various Rhythmic Motions of Modular Snake Robot with Active Joints // *Journal of Intelligent & Robotic Systems*. 2019. Vol. 94. № 3-4. P. 641–654.
- Иванов В.С., Васильев Г.Н. Структурный анализ технологических мехатронных систем с параллельной кинематикой // *Мехатроника, автоматизация, управление*. 2004. № 5. С. 37–43.
- Vorocheva L.Yu., Panovko G.Ya., Savin S.I., Yatsun A.S. Movement Simulation of a Five-Link Crawling Robot with Controlled Friction Forces // *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*. 2017. Vol. 46. № 6. P. 527–535.
- Vorocheva L.Yu., Yatsun A.S., Yatsun S.F. Simulation of the motion of a five-link crawling robot with controlled friction on a surface having obstacles // *Journal of Computer and Systems Sciences International*. 2017. Vol. 56. № 3. P. 527–552.
- Vorocheva L.Yu., Naumov G.S., Yatsun S.F. Simulation of Motion of a Three-Link Robot with Controlled Friction Forces on a Horizontal Rough Surface // *Journal of Computer and Systems Sciences International*. 2015. Vol. 54. № 1. P. 151–164.
- Vorocheva L.Yu., Savin S.I., Yatsun A.S. An investigation of motion of a crawling robot with supports with controllable friction // *Nonholonomic Mechanics, vortex structures and hydrodynamics*. Cheboksary, 2019. P. 207–209.
- Черноусько Ф.Л. О движении трёхзвенника по горизонтальной плоскости // *Прикладная математика и механика*. 2001. Т. 65. № 1. С. 15–20.
- Черноусько Ф.Л. Движение многозвенников по плоскости // *Проблемы механики*. М.: Физматлит, 2003. С. 783–802.
- Черноусько Ф.Л. Движение плоского многозвенника по шероховатой горизонтальной плоскости // *Доклады Академии наук*. 2000. Т. 370. № 2. С. 186–189.

REFERENCES

- Conkur E.S., Gurbuz R. Path Planning Algorithm for Snake-Like Robots. *Information Technology and Control*, 2008, vol. 37, no. 2, pp. 159–162.
- Takemori T., Tanaka M., Matsuno F. Gait Design for a Snake Robot by Connecting Curve Segments and Experimental Demonstration. *IEEE Transactions on Robotics*, 2018, no. 9, pp. 1–8.

3. Fu Q., Mitchel T., Yi N., Gart S., Li C. Snake robot's poor 3-D obstacle traversal reveals snake's better stability mechanisms. *APS March Meeting 2018*, 2018, vol. 63, no. 1, abs. ID: BAPS.2018.MAR.B50.6.
4. Ouyang W., Li C., Ren Q., Li P. Steering control of a snake robot with environment uncertainties. *13th IEEE Conference on Industrial Electronics and Applications (ICIEA)*. Wuhan, 2018, pp. 998–1003.
5. Nakajima M., Tanaka M., Tanaka K., Matsuno F. Motion control of a snake robot moving between two non-parallel planes. *Advanced Robotics*, 2018, vol. 32, no. 10, pp. 559–573.
6. Zhao X., Dou L., Su Z., Liu N. Study of the Navigation Method for a Snake Robot Based on the Kinematics Model with MEMS IMU. *Sensors*, 2018, vol. 18, no. 3, p. 879.
7. Cao Z., Xiao Q., Huang R., Zhou M. Robust Neuro-Optimal Control of Underactuated Snake Robots with Experience Replay. *IEEE transactions on neural networks and learning systems*, 2018, vol. 29, no. 1, pp. 208–217.
8. Matsuo T., Ishii K. Adaptative motion control system of a snake-like robot using a neural oscillator network. *IEEE Joint 7th International Conference on Soft Computing and Intelligent Systems (SCIS) and 15th International Symposium on Advanced Intelligent Systems (ISIS)*. Kitakyushu, 2014, pp. 253–258.
9. Li G., Li W., Zhang J., Zhang H. Analysis and Design of Asymmetric Oscillation for Caterpillar-Like Locomotion. *Journal of Bionic Engineering*, 2015, vol. 12, no. 2, pp. 190–203.
10. Sobolev N.A., Sorokin K.S. Experimental investigation of snakelike motions of a three-link mechanism. *Journal of Computer and Systems Sciences International*, 2006, vol. 45, no. 5, pp. 841–849.
11. Malayjerdi M., Akbarzadeh A. Analytical modeling of a 3-D snake robot based on sidewinding locomotion. *International Journal of Dynamics and Control*, 2019, vol. 7, no. 1, pp. 83–93.
12. Sorokin K.S. Control of a three-link robot moving on the plane with friction. *Journal of Computer and Systems Sciences International*, 2009, vol. 48, no. 3, pp. 489–499.
13. Luo M., Yan R., Wan Z., Qin Y., Santoso J., Skorina E.H., Onal C.D. OriSnake: Design, Fabrication, and Experimental Analysis of a 3-D Origami Snake Robot. *IEEE Robotics and Automation Letters*, 2018, vol. 3, no. 3, pp. 1993–1999.
14. Manzoor S., Cho Y.G., Choi Y. Neural Oscillator Based CPG for Various Rhythmic Motions of Modular Snake Robot with Active Joints. *Journal of Intelligent & Robotic Systems*, 2019, vol. 94, no. 3-4, pp. 641–654.
15. Ivanov V.S., Vasil'ev G.N. Structural analysis of technological mechatronic systems with parallel kinematics. *Mekhatronika, avtomatizatsiya, upravlenie*, 2004, no. 5, pp. 37–43.
16. Vorochaeva L.Yu., Panovko G.Ya., Savin S.I., Yatsun A.S. Movement Simulation of a Five-Link Crawling Robot with Controlled Friction Forces. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*, 2017, vol. 46, no. 6, pp. 527–535.
17. Vorochaeva L.Yu., Yatsun A.S., Yatsun S.F. Simulation of the motion of a five-link crawling robot with controlled friction on a surface having obstacles. *Journal of Computer and Systems Sciences International*, 2017, vol. 56, no. 3, pp. 527–552.
18. Vorochaeva L.Yu., Naumov G.S., Yatsun S.F. Simulation of Motion of a Three-Link Robot with Controlled Friction Forces on a Horizontal Rough Surface. *Journal of Computer and Systems Sciences International*, 2015, vol. 54, no. 1, pp. 151–164.
19. Vorochaeva L.Yu., Savin S.I., Yatsun A.S. An investigation of motion of a crawling robot with supports with controllable friction. *Nonholonomic Mechanics, vortex structures and hydrodynamics*. Cheboksary, 2019, pp. 207–209.
20. Chernous'ko F.L. The motion of a three-link system along a plane. *Journal of applied mathematics and mechanics*, 2001, vol. 65, no. 1, pp. 13–19.
21. Chernous'ko F.L. Movement of multi-links on the plane. *Problemy mekhaniki* [Problems of mechanics]. Moscow, Fizmatlit Publ., 2003, pp. 783–802.
22. Chernous'ko F.L. The motion of a flat linkage over a horizontal plane. *Doklady Physics*, 2000, vol. 45, no. 1, pp. 42–45.

**THE FORMATION OF THE BANK OF GAITS FOR A CRAWLING SEARCH ROBOT
WITH CONTROLLABLE FRICTION IN BEARING SUPPORTS**

© 2019

L.Yu. Vorochaeva, PhD (Engineering),
assistant professor of Chair of Mechanics, Mechatronics and Robotics
Southwest State University, Kursk (Russia)
S.I. Savin, PhD (Engineering),
senior researcher of the Laboratory of Mechatronics, Control and Prototyping
Innopolis University, Innopolis (Russia)

Keywords: crawling search robot; control modes; gaits bank; inertial gaits; controlled gaits; combined gaits; friction control.

Abstract: The paper considers a three-link crawling snake-like robot, the links of which are connected by two-axis hinges. The robot is equipped with four bearing supports with the controlled coefficient of friction between them and the surface. The device is designed to move inside buildings after the emergencies to search for people under the debris and to transport the essentials to them. The robot is controlled by the operator in two modes: the sequential execution of commands (forward, backward, turn, etc.) and moving from the starting point to the final one. Working in each of the control modes requires the use of the gaits bank.

The authors developed the classification of gaits for a crawling robot based on several criteria: the admissible periodic separation of links from a surface, the ability to control by friction in the supports, the combinations of controllable bearing supports, and the implemented type of motion. The authors studied in detail the controllable planar gaits of a robot when moving it forward and distinguished four types of gaits: longitudinal, transverse, transverse *s*-shaped, and longitudinal-transverse. For each gait the sequence of stages is developed, the conditions of their beginning and end imposed on the movements of the links are formulated and the vector of generalized coordinates is defined.

As a result of numerical simulation, the authors built the graphs of trajectories of the centers of mass of links and the center of mass of the entire device for each gait, as well as the graphs of time dependences of the angles of rotation of links. The study identified the influence of angles of links relative positions on the distance traveled by the robot. It is revealed that for the same time of movement, the robot will pass the greatest distance with a longitudinal gait irrespective of angles of links relative position. The device will be able to march the same distance at two types of transverse gaits at the maximum possible angle of the links relative position.

**ВЗАИМОСВЯЗЬ РАЗМЕРОВ И ФАЗОВОГО СОСТАВА
МАССИВНЫХ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ Zr**

© 2019

А.А. Дрозденко, аспирант, младший научный сотрудник лаборатории Структурных исследований*Д.В. Матвеев*, кандидат физико-математических наук,

доцент, старший научный сотрудник лаборатории Структурных исследований

Е.А. Першина, кандидат физико-математических наук,

научный сотрудник лаборатории Структурных исследований

А.С. Аронин, доктор физико-математических наук,

профессор, заведующий лабораторией Структурных исследований

Институт физики твердого тела Российской академии наук, Черноголовка (Россия)

Ключевые слова: объёмные аморфизирующиеся сплавы; сплавы на основе Zr; плавка во взвешенном состоянии; рентгенография.

Аннотация: Массивные аморфные сплавы на основе Zr интересны тем, что обладают высокими механическими свойствами и термической стабильностью. Преобладающий компонент Zr в сплаве значительно увеличивает его прочность, пластичность, коррозионную стойкость, а также температуру плавления, что важно при создании различных конструкционных материалов. Получение массивных сплавов на основе Zr с аморфной структурой является не тривиальной задачей, а требует специализированного подхода, поскольку высокая степень окисления Zr и необходимые высокие скорости охлаждения расплава весьма ограничивают реализацию аморфного состояния. При недостаточной скорости охлаждения при закалке образуются кристаллические фазы, что влечет за собой изменение свойств самого материала, что в свою очередь влияет на область его практического применения. Поэтому очень важно иметь представление об изменении структуры в процессе изготовления, ведь многие свойства материалов являются структурно-зависимыми.

В ходе работы методом плавки во взвешенном состоянии и закалки в медные изложницы переменного диаметра были получены аморфные, частично кристаллические и кристаллические образцы аморфизирующегося сплава состава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$. Проведена идентификация кристаллических фаз, образующихся при закалке в зависимости от размеров образца и положения в нем. Выявлены и объяснены небольшие расхождения в значениях межплоскостных расстояний образовавшихся фаз с табличными, которые могут быть связаны с частичным замещением атомов, что приводит к анизотропным искажениям решетки. В рамках работы выявлены различия в фазовом составе после закалки и при распаде аморфной фазы при нагреве сплава данного состава.

ВВЕДЕНИЕ

С момента открытия ряда сплавов с высокой стеклообразующей способностью, таких как Ln-Al-TM [1; 2], Mg-Ln-TM [3; 4], Zr-Al-TM [5; 6], Ti-Zr-TM [7], Hf-Al-TM [8], Ti-Zr-Be-TM [9] и Ti-Zr-Be-TM [10] (Ln – лантаноидные металлы, TM – переходные металлы), ими интересуются в рамках как фундаментальных, так и прикладных наук. Исследования массивных аморфных сплавов актуальны, поскольку такого рода сплавы обладают рядом уникальных свойств: высокая прочность, большой предел упругой деформации, хорошая коррозионная стойкость и износостойкость [11; 12]. Массивные аморфные сплавы на основе Zr интересны тем, что обладают высокой стеклообразующей способностью и термической стабильностью, что известно довольно давно [13]. Преобладающий компонент Zr в сплаве значительно увеличивает его прочность, пластичность, коррозионную стойкость, а также температуру плавления, что важно при создании различных конструкционных материалов.

В работе для изготовления образцов использовался специальный состав аморфного сплава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$. Такой состав был выбран по своей стеклообразующей способности при закалке в изложницу диаметром 30 мм [14]. Это означает, что при закалке расплава, например, в изложницу меньшего диаметра возрастает вероятность получения образцов с аморфной структурой, поскольку при этом возрастает скорость охлаждения расплава.

Предположительно аморфный сплав состава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ может быть использован в качестве материала для изготовления оптических деталей, двигателей с микроприводом и датчиков давления [15].

Массивные аморфные сплавы, в том числе и на основе Zr, обычно изготавливают методом литья под давлением в медную изложницу [16]. Однако существует ряд причин, которые существенно усложняют процесс получения объёмных аморфных сплавов на основе Zr. Высокая степень окисления Zr при плавке приводит к образованию окислов, что в свою очередь существенно влияет на прочность сплава [17]. Для реализации аморфного состояния необходима высокая скорость охлаждения расплава во избежание кристаллизации. Существуют физические величины, значения которых напрямую связаны с возможностью образования аморфной структуры при закалке из расплава. Например, взаимнообратные величины – вязкость и диффузия. Вязкость – это непрерывная функция температуры, то есть чем ниже температура, тем больше вязкость и, соответственно, меньше коэффициент диффузии, что и необходимо для получения аморфного состояния при закалке. Безусловно, значение вязкости расплава зависит от входящих в его состав компонентов. Например, в литературе есть данные по значению вязкости при высокоскоростном нагреве аморфного сплава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$, и сравнение со значениями сплава $Zr_{50}Cu_{40-x}Al_{10}Pd_x$ ($x=0,3$ и 7 ат.%) [18]. Предложенный авторами метод замены Ni на Pd

в сплаве позволяет регулировать вязкость: с увеличением содержания Pd вязкость возрастает, а энергия активации вязкого потока, наоборот, снижается.

В связи с тем, что существует ряд проблем, ограничивающих реализацию аморфного состояния при закалке расплава, создание и разработка метода получения таких образцов на основе Zr с аморфной структурой является весьма трудоемкой задачей. При получении сплавов со скоростью, недостаточной для полной аморфизации, могут образовываться кристаллические фазы, отличающиеся от фаз, образующихся при распаде аморфной фазы. Хорошо известно, что в сплавах системы Fe-V при закалке со скоростью, недостаточной для полной аморфизации, образуется борид Fe_3V с орторомбической решеткой, а при нагреве аморфной фазы – борид Fe_3V с тетрагональной решеткой (с пространственной группой $I 4 - P 42/n$) [19; 20]. Борид с тетрагональной решеткой образуется только при распаде аморфной фазы. Не исключено, что подобная ситуация может наблюдаться и в сплавах на основе Zr. Например, при отогреве аморфной фазы состава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ может образоваться тетрагональная фаза $NiZr_2$ с пространственной группой $I 4/mcm$ и параметрами решетки $a=b=6,477 \text{ \AA}$; $c=5,241 \text{ \AA}$ [21].

Образование кристаллических фаз в аморфной матрице сплава всегда влечет за собой изменение его свойств, что влияет на область практического применения. Поэтому важно иметь представление об изменении структуры в процессе изготовления, ведь многие свойства материалов являются структурно-чувствительными.

Цель работы – разработка метода изготовления массивных аморфных сплавов на основе Zr, получение образцов состава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ методом плавки во взвешенном состоянии и закалкой в медную изложницу, и исследовании структуры полученных образцов в зависимости от размеров и положения в образце.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Перед плавкой атомный состав сплава был пересчитан в весовой. Так как плавление и выдержка в электромагнитном поле рассчитаны для небольших масс металлов, были изготовлены навески массой 10 г, впоследствии спрессованные в таблетки. После чего на установке для плавки во взвешенном состоянии в атмосфере сверхчистого аргона и закалкой в медную изложницу переменного диаметра были получены образцы массивного циркониевого сплава состава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$.

Для закалки использовались изложницы с каналом в виде конуса и отверстием в виде стержня диаметром 8 мм. После выплавки были отрезаны диски толщиной 1 мм от определенных участков образцов на электроискровой установке. Положение выбранных для анализа участков отмечено на рис. 1, 2. После резки образцы были отшлифованы на шкурке для того, чтобы снять верхний окисленный слой после резки и подготовить к рентгено-дифракционным исследованиям. После этого диски от выбранных участков образцов были исследованы методом рентгенографии на предмет аморфности структуры при помощи дифрактометра Siemens D-500 с использованием CoK_{α} -излучения. Фазовый анализ полученных рентгенограмм проводился с помощью базы данных JCPDS.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 изображен вид образца и отмечено положение участков, структура которых анализировалась. Соответствующие рентгенограммы образцов с этих участков представлены на рисунке 1б, 1в, 1г, 1д, 1е.

На полученных рентгенограммах видно, что в дисках диаметрами 3 мм и 4,8 мм структура аморфная, так как на рентгенограммах присутствует только диффузное гало, а пики от кристаллических фаз не наблюдаются. На рентгенограмме образца диаметром 5 мм обнаружены пики от кристаллических фаз на фоне аморфного гало. На рентгенограммах образцов диаметрами 8 мм и 11 мм присутствуют только пики от кристаллических фаз.

Была проведена идентификация кристаллических фаз образцов с диаметрами сечений 5 мм, 8 мм и 11 мм. Обнаружено, что в образце диаметром 5 мм наряду с аморфной матрицей присутствуют кристаллические фазы: орторомбическая $Cu_{10}Zr_7$, пространственная группа $Aba2a$, параметры решетки: $a=9,347 \text{ \AA}$, $b=9,322 \text{ \AA}$, $c=12,67 \text{ \AA}$ и тетрагональная $CuZr_2$, пространственная группа $I 4/m 2/m 2/m$, параметры решетки: $a=b=3,22 \text{ \AA}$, $c=11,13 \text{ \AA}$. Идентичные кристаллические фазы наблюдались и на образцах диаметром 8 мм и 11 мм, а аморфная фаза не была обнаружена.

Для орторомбической фазы $Cu_{10}Zr_7$ наблюдались небольшие отклонения межплоскостных расстояний относительно табличных значений. В таблице 1 приведены экспериментально полученные значения межплоскостных расстояний, соответствующие орторомбической фазе для образца диаметром 11 мм и табличные значения орторомбической фазы $Cu_{10}Zr_7$.

Как видно из таблицы 1, экспериментальные значения межплоскостных расстояний и соответствующие им табличные значения межплоскостных расстояний орторомбической фазы имеют несущественные, но интересные различия. Экспериментальные значения межплоскостных расстояний чуть меньше соответствующих табличных только тогда, когда значения h и k больше 1, однако в тех случаях, когда значения h и k меньше 1, тогда экспериментальные значения межплоскостных расстояний чуть больше табличных.

Такие различия в значениях межплоскостных расстояний могут быть связаны с тем, что атомы Al, присутствующие в сплаве, могут частично замещать атомы Cu. Анизотропное искажение решетки может быть связано с преимущественным расположением атомов примеси в одном направлении. В нашем случае небольшие искажения наблюдаются вдоль оси [001]. Располагаться примесные атомы в решетке могут определенным образом, вследствие чего может возникать анизотропная деформация решетки. Размеры атомов Ni и Cu почти одинаковы, поэтому их взаимозамещение не отражается на параметрах решетки. Однако это требует дополнительных исследований.

Следует отметить, что рентгеноструктурный анализ не показал наличие фазы $NiZr_2$, которая образуется в результате термической обработки аморфного сплава того же состава [21]. Этот факт является лишним свидетельством того, что идентифицированные нами кристаллические фазы образовались при закалке, а не при отогреве аморфной фазы.

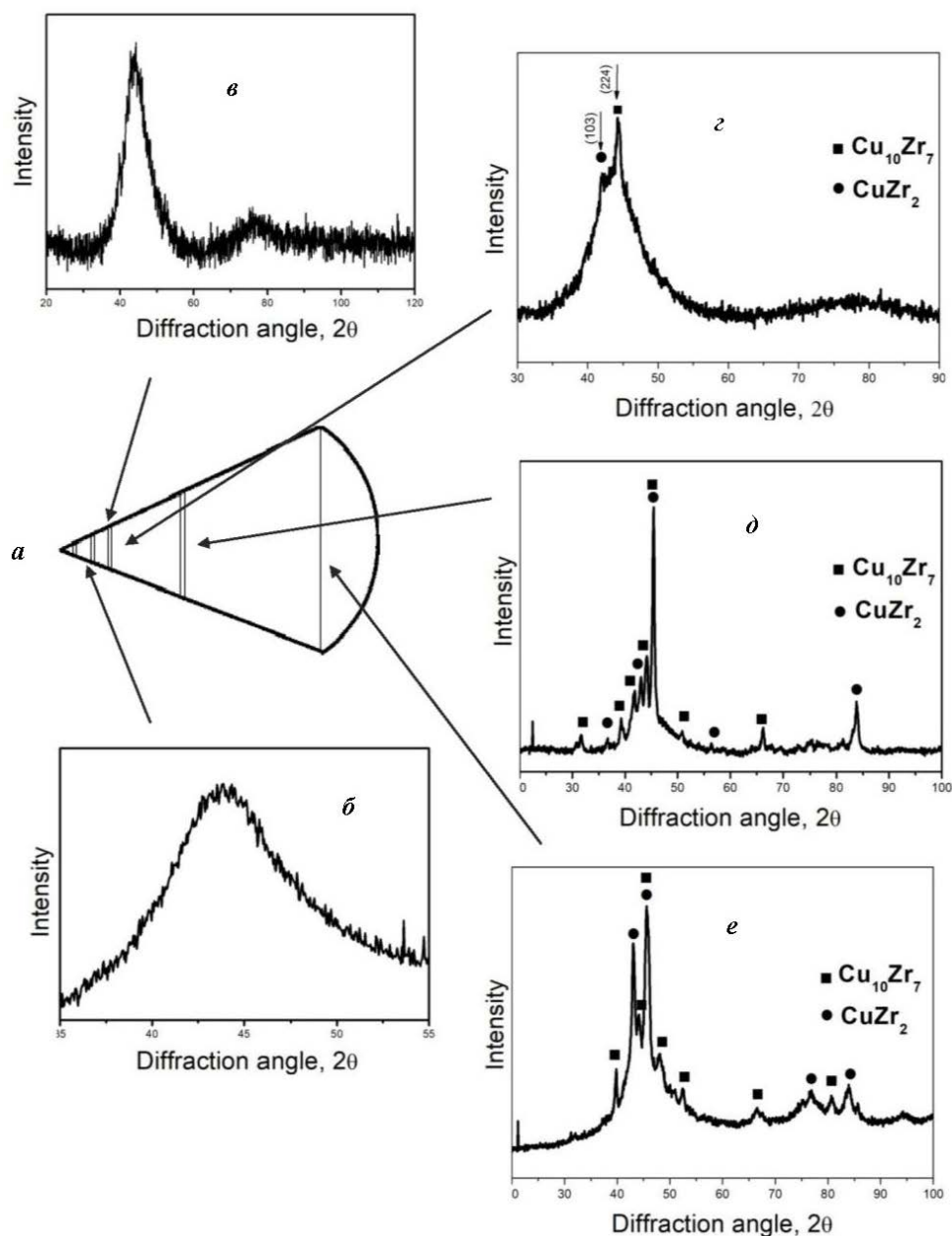


Рис. 1. Внешний вид и сечения конуса:

a – общий вид конуса; *б* – рентгенограмма сечения \varnothing 3 мм; *в* – рентгенограмма сечения \varnothing 4,8 мм; *г* – рентгенограмма сечения \varnothing 5 мм; *д* – рентгенограмма сечения \varnothing 8 мм; *е* – рентгенограмма сечения \varnothing 11 мм

Таблица 1. Межплоскостные расстояния образца и табличные значения для фазы $\text{Cu}_{10}\text{Zr}_7$

$d_{\text{экс}}, \text{Å}$	$d_{\text{табл}}, \text{Å}$	hkl
	$\text{Cu}_{10}\text{Zr}_7$	$\text{Cu}_{10}\text{Zr}_7$
3,267	3,298	(220)
2,653	2,621	(204)
2,502	2,531	(231)
2,376	2,365	(115)
2,314	2,286	(224)
2,079	2,113	(324)
1,635	1,649	(440)

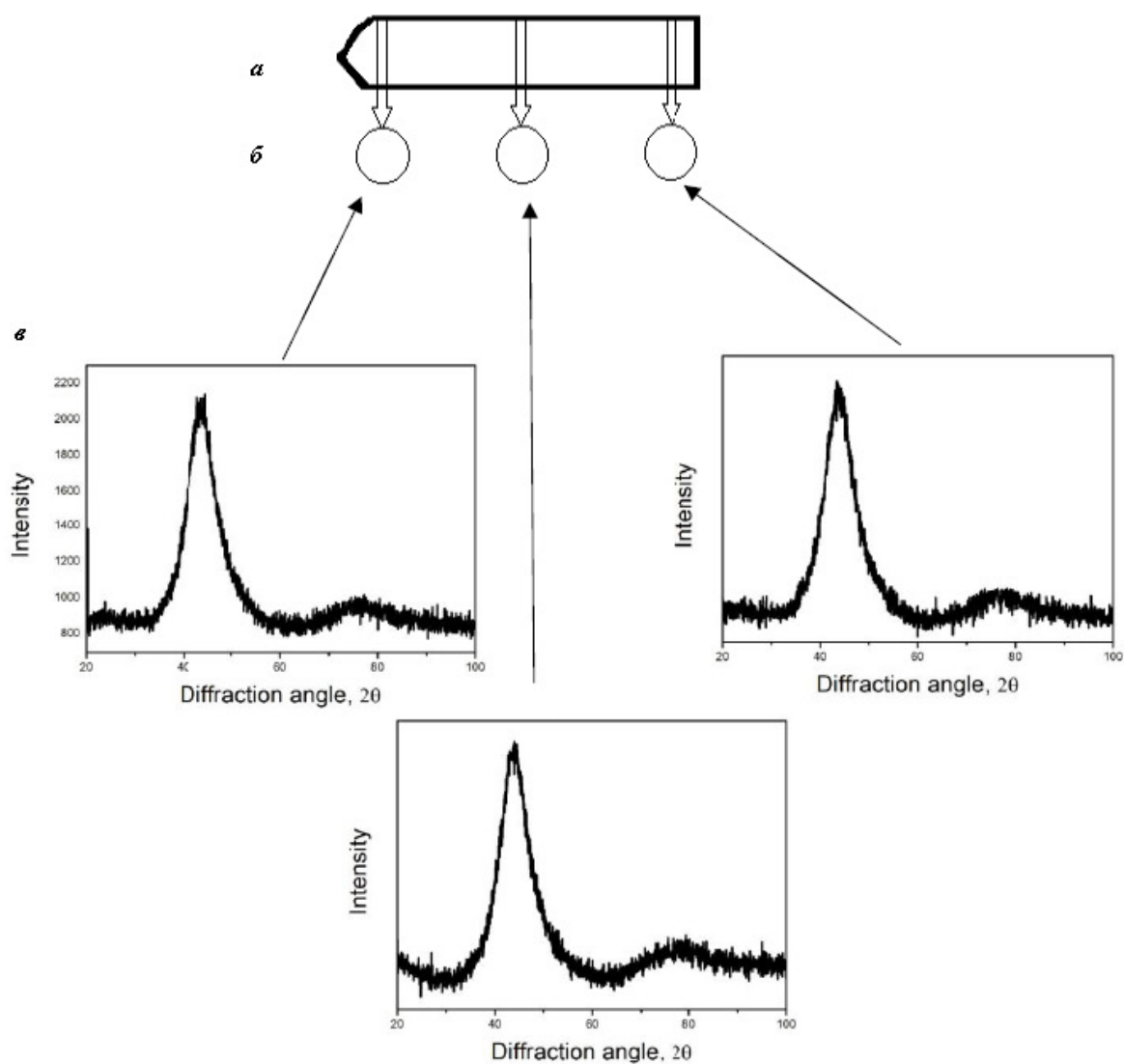


Рис. 2. Общий вид, сечения и полученные рентгенограммы изготовленного стержня: *а* – общий вид стержня; *б* – отрезанные диски: \varnothing 8 мм, толщина 1 мм; *в* – полученные рентгенограммы

На основании структурного анализа полученных рентгенограмм от участков с различными диаметрами сечений конусной изложницы можно предположить, что оптимальный диаметр канала для получения аморфных образцов составляет примерно от 3 мм до 5 мм. Однако ранее в рамках данной работы были получены образцы, закаленные в медную изложницу с каналом в виде стержня диаметром 8 мм, со структурой, отличной от образцов, полученных закалкой в конусные изложницы. На рис. 2 показаны рентгенограммы данного стержня, из которых следует, что выплавленный стержень по всему объёму имеет аморфную структуру, так как на рентгенограммах нет пиков от кристаллических фаз.

Получение аморфного образца такого диаметра (8 мм) было следствием оптимального сочетания температуры и времени выдержки расплава перед разливкой. Эти параметры довольно трудно регулировать при плавке во взвешенном состоянии, и для их установления необходимы дополнительные исследования.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

- методом закалки расплава в медные изложницы были получены аморфные и аморфно-кристаллические образцы сплава $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$;
- идентифицированы образующиеся при закалке кристаллические фазы;
- обнаружена зависимость фазового состава от положения в образце;
- различия в фазовом составе сплава после закалки и кристаллизации предположительно можно объяснить тем, что фаза $NiZr_2$ образуется только при распаде аморфной фазы при нагреве.

Работа выполнена в рамках госзадания ИФТТ РАН при частичной поддержке РФФИ (проект 19-03-00355).

Статья подготовлена по материалам докладов участников IX Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2019) с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 9–13 сентября 2019 года.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Inoue A., Zhang T., Masumoto T. Al-La-Ni amorphous alloys with a wide supercooled liquid region // *Materials Transactions JIM*. 1989. Vol. 30. № 12. P. 965–972.
- Inoue A., Yamaguchi H., Zhang T., Masumoto T. Al-La-Cu amorphous alloys with a wide supercooled liquid region // *Materials Transactions JIM*. 1990. Vol. 31. № 2. P. 104–109.
- Inoue A., Ohtera K., Kita K., Masumoto T. New amorphous Mg-Ce-Ni alloys with high strength and good ductility // *Japanese journal of applied physics part 2-letters and express letters*. 1988. Vol. 27. № 12. P. L2248–L2251.
- Inoue A., Kohinata K., Ohtera K., Tsai A.P., Masumoto T. Mg-Ni-La amorphous alloys with a wide supercooled liquid region // *Materials Transactions JIM*. 1989. Vol. 30. № 5. P. 378–381.
- Inoue A., Zhang T., Masumoto T. Zr-Al-Ni amorphous alloys with high glass transition temperature and significant supercooled liquid region // *Materials Transactions JIM*. 1990. Vol. 31. № 3. P. 177–183.
- Inoue A., Zhang T., Masumoto T. Glass-forming ability of alloys // *Journal of non-crystalline Solids*. 1993. Vol. 156. P. 473–480.
- Amiya K., Nishiyama N., Inoue A., Masumoto T. Mechanical strength and thermal stability of Ti-based amorphous alloys with large glass-forming ability // *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*. 1994. Vol. 179. P. 692–696.
- Inoue A., Nishiyama N., Amiya K., Zhang T., Masumoto T. Ti-based amorphous alloys with a wide supercooled liquid region // *Materials Letters*. 1994. Vol. 19. № 3-4. P. 131–135.
- Inoue A., Zhang T., Nishiyama N., Ohba K., Masumoto T. Extremely wide supercooled liquid region and large glass-forming ability in $Zr_{65-x}Al_{7.5}Cu_{17.5}Ni_{10}Be_x$ amorphous alloys // *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*. 1994. Vol. 179. P. 210–214.
- Peker A., Johnson W.L. A highly processable metallic glass: $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10.0}Be_{22.5}$ // *Applied Physics Letters*. 1993. Vol. 63. № 17. P. 2342–2344.
- Abrosimova G., Aronin A., Matveev D., Zverkova I., Molokanov V., Pan S., Slipenyuk A. The structure and mechanical properties of bulk $Zr_{50}Ti_{16.5}Cu_{15}Ni_{18.5}$ metallic glasses // *Journal of materials science*. 2001. Vol. 36. № 16. P. 3933–3939.
- Sun Y.F., Fujii H. Microstructure and mechanical properties of dissimilar spot friction stir welded $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ bulk metallic glass to pure copper // *Intermetallics*. 2013. Vol. 33. P. 113–119.
- Zhang T., Inoue A., Masumoto T. Amorphous Zr-Al-TM (TM=Co, Ni, Cu) alloys with significant supercooled liquid region of over 100 K // *Materials Transactions JIM*. 1991. Vol. 32. № 11. P. 1005–1010.
- Inoue A., Zhang T. Fabrication of bulk glassy $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$ alloy of 30 mm in diameter by a suction casting method Q // *Materials Transactions JIM*. 1996. Vol. 37. № 2. P. 185–187.
- Byrne C.J., Eldrup M. Bulk metallic glasses // *Science*. 2008. Vol. 321. № 5888. P. 502–503.
- Somekawa H., Inoue A., Higashi K. Superplastic and diffusion bonding behavior on Zr-Al-Ni-Cu metallic glass in supercooled liquid region // *Scripta materialia*. 2004. Vol. 50. № 11. P. 1395–1399.
- Keryvin V., Bernard C., Sangleboeuf J.-C., Yokoyama Y., Rouxel T. Toughness of $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$ bulk metallic glass for two oxygen levels // *Journal of non-crystalline solids*. 2006. Vol. 352. № 26-27. P. 2863–2868.
- Maeda S., Yamasaki T., Yokoyama Y., Okai D., Fukami T., Kimura H.M., Inoue A. Viscosity measurements of $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$ and $Zr_{50}Cu_{40-x}Al_{10}Pd_x$ (x=0,3 and 7 at.%) supercooled liquid alloys by using a penetration viscometer // *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*. 2007. Vol. 449. P. 203–206.
- Koster U., Herold U., Guntherodt H.J., Beck H. *Glassy metals I*. Berlin: Springer Verlag, 1981. 225 p.
- Abrosimova G.E., Aronin A.S. Reversible structural-changes on heat-treatment of amorphous Fe-B alloys // *International journal of rapid solidification*. 1991. Vol. 6. № 1. P. 29–40.
- Zhang Y., Lin X., Wang L., Wei L., Liu F., Huang W. Microstructural analysis of $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ bulk metallic glasses by laser surface remelting and laser solid forming // *Intermetallics*. 2015. № 66. P. 22–30.

REFERENCES

- Inoue A., Zhang T., Masumoto T. Al-La-Ni amorphous alloys with a wide supercooled liquid region. *Materials Transactions JIM*, 1989, vol. 30, no. 12, pp. 965–972.
- Inoue A., Yamaguchi H., Zhang T., Masumoto T. Al-La-Cu amorphous alloys with a wide supercooled liquid region. *Materials Transactions JIM*, 1990, vol. 31, no. 2, pp. 104–109.
- Inoue A., Ohtera K., Kita K., Masumoto T. New amorphous Mg-Ce-Ni alloys with high strength and good ductility. *Japanese journal of applied physics part 2-letters and express letters*, 1988, vol. 27, no. 12, pp. L2248–L2251.
- Inoue A., Kohinata K., Ohtera K., Tsai A.P., Masumoto T. Mg-Ni-La amorphous alloys with a wide supercooled liquid region. *Materials Transactions JIM*, 1989, vol. 30, no. 5, pp. 378–381.
- Inoue A., Zhang T., Masumoto T. Zr-Al-Ni amorphous alloys with high glass transition temperature and significant supercooled liquid region. *Materials Transactions JIM*, 1990, vol. 31, no. 3, pp. 177–183.
- Inoue A., Zhang T., Masumoto T. Glass-forming ability of alloys. *Journal of non-crystalline Solids*, 1993, vol. 156, pp. 473–480.
- Amiya K., Nishiyama N., Inoue A., Masumoto T. Mechanical strength and thermal stability of Ti-based amorphous alloys with large glass-forming ability. *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*, 1994, vol. 179, pp. 692–696.
- Inoue A., Nishiyama N., Amiya K., Zhang T., Masumoto T. Ti-based amorphous alloys with a wide supercooled liquid region. *Materials Letters*, 1994, vol. 19, no. 3-4, pp. 131–135.
- Inoue A., Zhang T., Nishiyama N., Ohba K., Masumoto T. Extremely wide supercooled liquid region and large

- glass-forming ability in $Zr_{65-x}Al_{7.5}Cu_{17.5}Ni_{10}Be_x$ amorphous alloys. *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*, 1994, vol. 179, pp. 210–214.
10. Peker A., Johnson W.L. A highly processable metallic glass: $Zr_{41.2}Ti_{13.8}Cu_{12.5}Ni_{10.0}Be_{22.5}$. *Applied Physics Letters*, 1993, vol. 63, no. 17, pp. 2342–2344.
 11. Abrosimova G., Aronin A., Matveev D., Zverkova I., Molokanov V., Pan S., Slipenyuk A. The structure and mechanical properties of bulk $Zr_{50}Ti_{16.5}Cu_{15}Ni_{8.5}$ metallic glasses. *Journal of materials science*, 2001, vol. 36, no. 16, pp. 3933–3939.
 12. Sun Y.F., Fujii H. Microstructure and mechanical properties of dissimilar spot friction stir welded $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ bulk metallic glass to pure copper. *Intermetallics*, 2013, vol. 33, pp. 113–119.
 13. Zhang T., Inoue A., Masumoto T. Amorphous Zr-Al-TM (TM=Co, Ni, Cu) alloys with significant supercooled liquid region of over 100 K. *Materials Transactions JIM*, 1991, vol. 32, no. 11, pp. 1005–1010.
 14. Inoue A., Zhang T. Fabrication of bulk glassy $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$ alloy of 30 mm in diameter by a suction casting method Q. *Materials Transactions JIM*, 1996, vol. 37, no. 2, pp. 185–187.
 15. Byrne C.J., Eldrup M. Bulk metallic glasses. *Science*, 2008, vol. 321, no. 5888, pp. 502–503.
 16. Somekawa H., Inoue A., Higashi K. Superplastic and diffusion bonding behavior on Zr-Al-Ni-Cu metallic glass in supercooled liquid region. *Scripta materialia*, 2004, vol. 50, no. 11, pp. 1395–1399.
 17. Keryvin V., Bernard C., Sangleboeuf J.-C., Yokoyama Y., Rouxel T. Toughness of $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$ bulk metallic glass for two oxygen levels. *Journal of non-crystalline solids*, 2006, vol. 352, no. 26–27, pp. 2863–2868.
 18. Maeda S., Yamasaki T., Yokoyama Y., Okai D., Fukami T., Kimura H.M., Inoue A. Viscosity measurements of $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$ and $Zr_{50}Cu_{40-x}Al_{10}Pd_x$ (x=0,3 and 7 at.%) supercooled liquid alloys by using a penetration viscometer. *Materials science and engineering a-structural materials properties microstructure and processing*, 2007, vol. 449, pp. 203–206.
 19. Koster U., Herold U., Guntherodt H.J., Beck H. *Glassy metals I*. Berlin, Springer Verlag Publ., 1981. 225 p.
 20. Abrosimova G.E., Aronin A.S. Reversible structural-changes on heat-treatment of amorphous Fe-B alloys. *International journal of rapid solidification*, 1991, vol. 6, no. 1, pp. 29–40.
 21. Zhang Y., Lin X., Wang L., Wei L., Liu F., Huang W. Microstructural analysis of $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ bulk metallic glasses by laser surface remelting and laser solid forming. *Intermetallics*, 2015, no. 66, pp. 22–30.

THE INTERRELATION OF THE SIZES AND PHASE COMPOSITION OF Zr-BASED BULK AMORPHOUS ALLOYS

© 2019

A.A. Drozdenko, postgraduate student,
 junior researcher of the Laboratory of Structural Research
D.V. Matveev, PhD (Physics and Mathematics),
 Associate Professor, senior researcher of the Laboratory of Structural Research
E.A. Pershina, PhD (Physics and Mathematics),
 researcher of the Laboratory of Structural Research
A.S. Aronin, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,
 Head of the Laboratory of Structural Research
Institute of Solid State Physics of Russian Academy of Sciences, Chernogolovka (Russia)

Keywords: bulk amorphous alloys; Zr-based alloys; levitation melting; X-ray diffraction.

Abstract: Bulk amorphous Zr-based alloys are promising for their high mechanical properties and thermal stability. The predominate component of Zr in the alloy significantly improves its strength, ductility, corrosion resistance and melting point, which is important when creating various structural materials. The obtainment bulk of Zr-based alloys with an amorphous structure is not a trivial goal, but requires an ad hoc approach as the high degree of Zr oxidation and the necessary high rates of melt cooling limit realization of the amorphous state. At an insufficient cooling rate during quenching, the crystalline phases are formed, which causes change in the properties of the material itself, which in turn affects the field of practical application. Therefore, it is very important to have an idea about the change in a structure during manufacture since many properties of materials are structurally dependent.

During the work, the amorphous, partially crystalline and crystalline samples of the amorphized alloy of $Zr_{55}Cu_{30}Al_{10}Ni_5$ composition were obtained by levitation melting and quenching into copper moulds of variable diameter. The crystalline phases formed during quenching depending on the sizes of the sample and position in it were identified. Small differences between the values of interplanar spacing of the formed phases and the tabulated ones, which can be associated with partial substitution of atoms that leads to anisotropic lattice distortions were revealed and explained. In addition, during the work, differences in the phase composition after quenching and under decomposition of the amorphous phase during heating of the alloy of this composition were also revealed.

НЕКОТОРЫЕ ПРАКТИЧЕСКИЕ СООБРАЖЕНИЯ, СВЯЗАННЫЕ С КОМПЬЮТЕРНЫМИ ПРОЦЕДУРАМИ ОБРАБОТКИ ИЗОБРАЖЕНИЙ В МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ

© 2019

А.В. Кудря, доктор технических наук, профессор кафедры металловедения и физики прочности
Э.А. Соколовская, кандидат технических наук, доцент кафедры металловедения и физики прочности
В.Ю. Пережогин, аспирант кафедры металловедения и физики прочности
Нго Нгок Ха, аспирант кафедры металловедения и физики прочности
Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва (Россия)

Ключевые слова: морфология структур; травление; фильтрация шумов; коэффициенты эксцесса и асимметрии; площадь поля зрения; цифровое изображение; изображения структур и изломов; изображение полосчатости в микроструктуре; процедуры обработки изображений.

Аннотация: Традиционный подход к ранжировке структур и изломов – сопоставление с эталонами (картинками) – не позволяет объективно описать существующее разнообразие их геометрии, обеспечить прямое сопоставление морфологии структур и изломов для выявления критических параметров структур, определяющих различие в их сопротивляемости разрушению. Формализация подходов к описанию цифровых изображений структур и изломов осложнена, в частности, из-за различий в механизмах разрушения номинально однотипных структур, отличающихся геометрией строения отдельных ее элементов и их конфигурацией в целом; вытекающими отсюда отличиями в метрологическом обеспечении процедур обработки изображений. Обычно подразумевается, что это обеспечивается в рамках используемых специализированных программных продуктов по умолчанию, но на практике не всегда уделяется необходимое внимание сопоставлению альтернативных вариантов процедур обработки изображений с целью выбора оптимального.

В этой связи в работе рассмотрены некоторые аспекты получения цифровых изображений структур и изломов, их обработки, обеспечивающих получение воспроизводимых и сопоставимых результатов, несущих содержательную информацию об их морфологии. В частности, оценены роль продолжительности травления, выбор оптимального увеличения микроскопа (в диапазоне величин, сопоставимых по своим возможностям для решения конкретной задачи), процедуры удаления шумов. Обсуждены подходы к выбору эффективных алгоритмов обработки изображений, например, при переходе от балльных оценок структур к измерению геометрии их строения (с учетом представлений о статистической природе строения структур и изломов, масштабов измерения). Оценены эффективность использования классической и непараметрической статистик при сравнении результатов измерений геометрии структур и изломов, возможность классификации «размытых» изображений микроструктур на основе Фурье-преобразования.

На основе полученных результатов уточнены некоторые процедуры обработки изображений структур и изломов и показано, что использование статистических характеристик изображений структур и изломов позволяет более объективно ранжировать структуры по геометрии их строения.

ВВЕДЕНИЕ

Классические подходы к ранжировке структур предполагают их сравнение с эталоном (картинкой). Однако статистическая природа строения структур определяет необходимость получения представительных оценок (в масштабах образца или изделия), а технологически неизбежная структурная неоднородность – выявления особенностей механизмов деформации и разрушения разнородных структур, что определяет потребность в измерении геометрии отдельных структурных составляющих и их конфигурации в целом [1; 2]. Оценить влияние структур на разрушение можно на основе сопоставления строения структур и изломов, но оценка морфологии поверхности разрушения часто ограничивается словесным описанием, что обусловлено, в частности, трудностями получения их 3D-моделей (на разных масштабных уровнях наблюдения). Цифровизация сделала возможным получение количественных оценок структур и изломов и уточнение на этой основе механизмов разрушения разномасштабных структур, их кооперативного влияния на разрушение [3–5]. Однако есть ряд вопросов, связанных как с получением цифровых изображений, так и с разработкой оптимальных алгоритмов для их обработки [6; 7].

Цель работы – выявление факторов риска при получении цифровых изображений, в частности при подборе

режима травления и выборе увеличения светового микроскопа; оценка влияния масштаба изображения на получаемый результат.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве объектов исследования были использованы изображения структур и изломов, соответствующих различным видам металлопродукции: листовые стали СтЗсп и 09Г2С, твердые сплавы на железно-вольфрамовой и никелевой основах (для упрочняющих наплавочных рабочих органов сельскохозяйственных машин), крупные поковки из стали 38ХНЗМФА, полученные по общепринятым технологиям [8; 9].

Пробоподготовка шлифов для анализа структур включала в себя операции запрессовки образца на прессовальном аппарате SimpliMet 1000 (Buehler), шлифования, полирования и травления в 3 % растворе азотной кислоты и смеси азотной и соляной кислот (в соотношении 1 к 5) для листовых сталей и твердых сплавов соответственно.

Изломы получали при ударных испытаниях образцов с U-образным надрезом (ГОСТ 9454) на копре класса МК-30.

Структуры наблюдали в световом микроскопе Axio Observer D1m Carl Zeiss, изломы – в сканирующем

электронном микроскопе VEGA 3 SBH производства TESCAN в диапазоне увеличений 50–500 и 100–1000 крат соответственно.

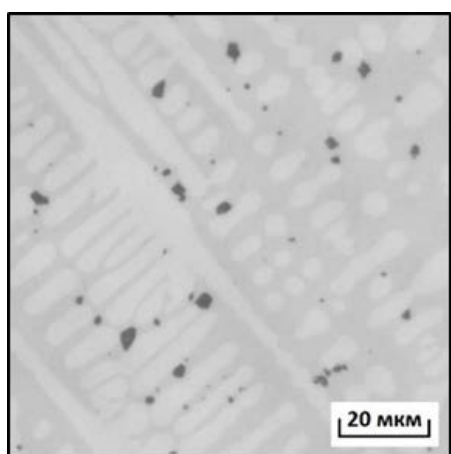
Количественный анализ изображений структур и изломов производили при помощи программного обеспечения ImageJ, Mathcad, Statistica, а также Microsoft Excel.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

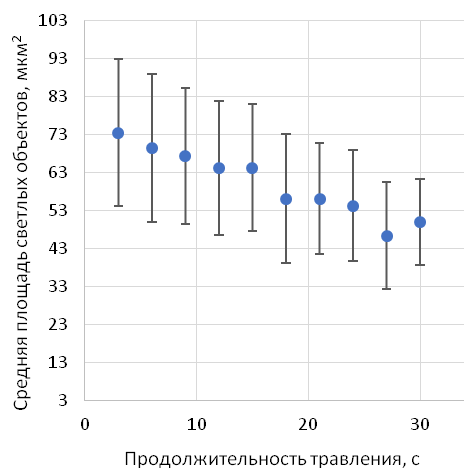
Исходя из классических представлений [1; 2] ключевую роль в процессах деформации и разрушения играют размеры, форма и особенности размещения элементов структуры. Изображение структур и изломов представляет собой, как правило, поле яркости в оттенках серого (256 единиц), где однотипные элементы характеризуются определенными диапазонами яркости и геометрии. В этой связи для выделения однотипных элементов [10; 11], в частности, необходимо обосновать уровень интенсивности яркости, определяющий границу, разделяющую элемент структуры от окружающего ее фона, что предполагает трансформацию матрицы в бинарную [3; 12]. Для этого используют различные подходы, в частности метод построения С-образной кривой (в координатах «площадь измеряемых объектов – их периметр»), перегиб на которой соответствует оптимальному уровню бинаризации. Их может быть не-

сколько (мультиризация), если в структуре наблюдаются несколько типов однотипных элементов.

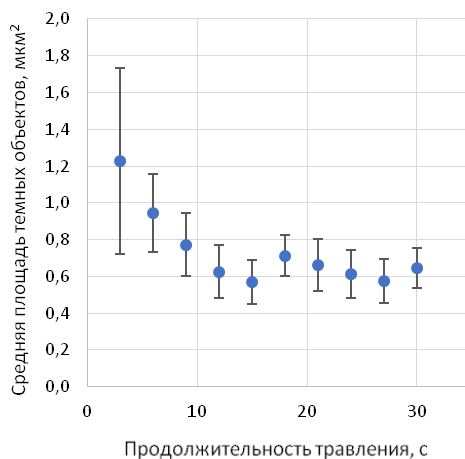
Одним из факторов, определяющих сопоставимость результатов измерения геометрии структур, является режим травления [13; 14]. В работе было оценено влияние времени травления на геометрию структуры твердого сплава на основе железа и вольфрама, где наблюдались светлые объекты (дендриты или карбиды) и россыпь темной составляющей точечной формы (рис. 1 а). Темные объекты были видны еще на нетравленных шлифах, что обычно характерно для неметаллических включений (НВ) или углублений, оставшихся на их месте (либо крупных карбидов), в том случае, когда частицы были «вырваны» из образца при его шлифовке. Последовательное увеличение времени травления (с шагом в 2–3 с от 3 до 30 с) позволило зафиксировать изменения на изображении структуры (на одних и тех же полях зрения площадью 0,01 мм² в масштабе образца), измерить площади светлых и темных объектов, рассчитать их средние значения для фиксированных времен выдержки (рис. 1 б, 1 в). Показано, что средние значения площадей светлых и темных объектов стабилизируются при увеличении продолжительности травления в исследуемом интервале времен, поля их ошибок перекрываются.



а



б



в

Рис. 1. Изменение параметров структуры твердого сплава на железо-вольфрамовой основе (а) при увеличении продолжительности травления: средней площади светлых (б) и темных объектов (в)

Однако измерение площадей составляющих структуры обычно не эффективно для описания различий в геометрии дендритного рисунка, в частности, вследствие трудностей в разделении объединенных в один, смежных дендритов. В таких случаях предпочтительнее получение их линейных характеристик. Для сопоставления двух массивов результатов измерений n_1 и n_2 некоторого параметра ξ обычно по его средним значениям $\langle \xi \rangle_1$ и $\langle \xi \rangle_2$ и среднеквадратичным отклонениям, оценивают значимость различия $[\langle \xi \rangle_1 - \langle \xi \rangle_2] \neq 0$ по критерию Стьюдента. При этом по умолчанию предполагается если не нормальное, то, по крайней мере, симметричное распределение значений. Однако применимо к параметрам геометрии микроструктуры распределения чаще имеют асимметричный характер [3; 8; 9], в частности в нашем случае, коэффициенты асимметрии и эксцесса распределения значений поперечников дендритов были равны 1,4 и 4,8 соответственно. В этой связи в работе выборки результатов измерения средних размеров светлых объектов (методом секущих в двух взаимно перпендикулярных направлениях) были сопоставлены с использованием критерия непараметрической статистики Колмогорова – Смирнова: попарно, для смежных значений времен травления и для предельных значений (с продолжительностью травления 3 и 30 с). Экспериментальные значения критерия Колмогорова – Смирнова $|D^*(x^*)|$ изменялись в диапазоне от 0,45 до 1,36 (табличные значения составили 1,358; 1,224 и 1,070 для риска 0,05; 0,1 и 0,2 соответственно). При этом значимое различие структур после травления (по сравнению с исходной структурой (после трехсекундного травления)) наблюдалось с 18 с травления и далее (с риском 0,2).

Это означает, что изменению продолжительности травления сопутствует изменение значений параметров

геометрии светлой составляющей структуры исследуемого твердого сплава. Игнорирование этого обстоятельства не принципиально, когда речь идет о визуальном сравнении с эталоном (картинкой), но может привести к появлению псевдоразличий в характеристиках микроструктуры, когда оцениваются ее количественные характеристики. Масштаб влияния данного фактора, по-видимому, будет определяться морфологией конкретной структуры.

Существенную роль в получении объективных результатов измерения структур играет выбор оптимального увеличения. Очевидно, что большее увеличение позволяет выявить более мелкие детали структуры. Однако нередко приходится сопоставлять строение однотипных структур, полученных при различных увеличениях. Связанные с этим риски были оценены на примере изображений микроструктуры твердого сплава на никелевой основе, полученных при увеличении 100, 200 и 500 крат на одних и тех же, сопоставимых по площади, полях зрения ($0,02 \text{ мм}^2$ в масштабе образца, получаемом при увеличении 500 крат) (рис. 2).

Повышение оптического увеличения привело к появлению более мелких элементов (объектов) изображения и снижению их среднего размера, в частности светлых объектов (таблица 1). Большинство из них различимы человеческим глазом, но надежно могут быть распознаны на изображении элементы структуры размером от 1 мм и выше [1; 2]. При оптическом увеличении 100, 200 и 500 крат поперечник такого минимально идентифицируемого объекта в масштабе образца составит 10, 5 и 2 мкм соответственно. Это определило уровень фильтрации шумов на изображении: уровнями менее 100, 25 и 4 мкм² соответственно. Для получения же сопоставимых результатов была

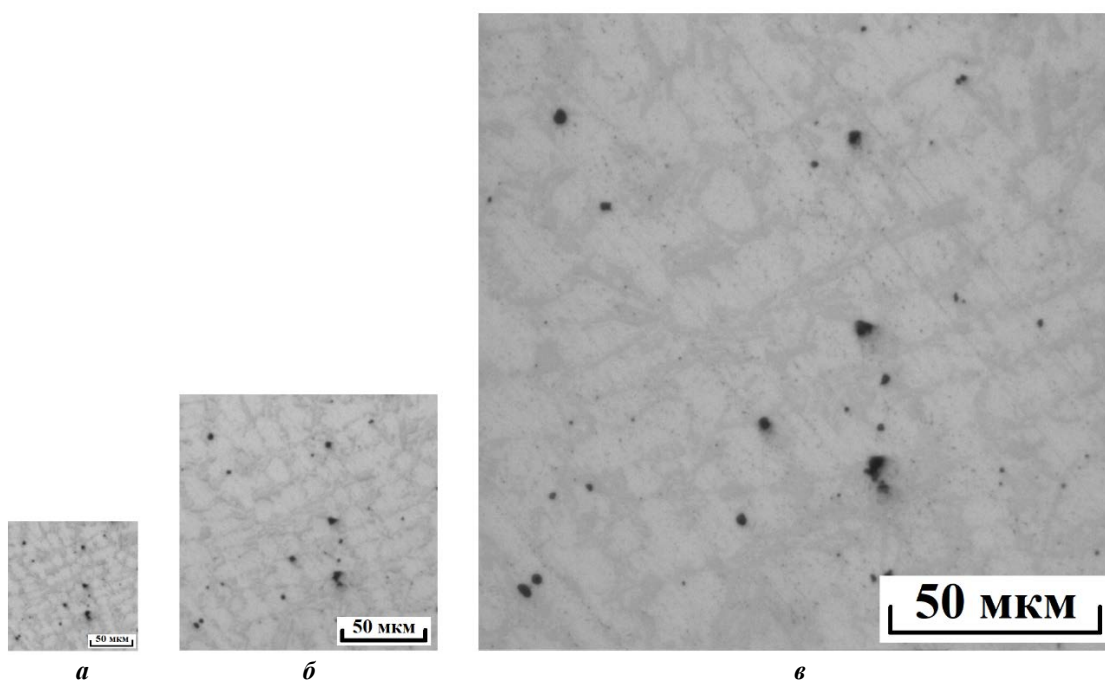


Рис. 2. Изображения микроструктуры твердого сплава на никелевой основе при увеличениях 100 (а), 200 (б) и 500 (в) крат

Таблица 1. Средний размер объектов

Тип объекта	Метод измерения	Уровень фильтрации шумов F , менее, мкм^2		Средний размер объектов (мкм) при фиксированном увеличении		
				100 крат	200 крат	500 крат
Светлые	Метод секущих	нет		8,21±0,74	4,29±0,40	1,82±0,15
		Увеличение, крат	F	12,30±1,59	7,61±0,75	4,04±0,41
		×100	100			
		×200	25			
		×500	4	12,30±1,59	9,29±1,13	4,73±0,56
Для всех увеличений	100					

выполнена процедура фильтрации, ограничившая на всех изображениях минимальный размер их элементов уровнем менее 100 мкм^2 . Такое сопоставление показало, что с каждым шагом оптического увеличения средние размеры светлых и темных объектов (поперечники и площади соответственно) уменьшаются. Это связано, в частности, с различием в уровне разрешения изображений: 40, 80 и 200 пк/дюйм, что обеспечивает

более детальную «прорисовку» контура элементов на изображении [15], что может привести при формальном использовании метода секущих к появлению «новых» объектов (рис. 3). Это обстоятельство необходимо учитывать, при проведении количественных измерений.

Таким образом, очевидно, что различие в процедурах получения цифрового изображения, не слишком

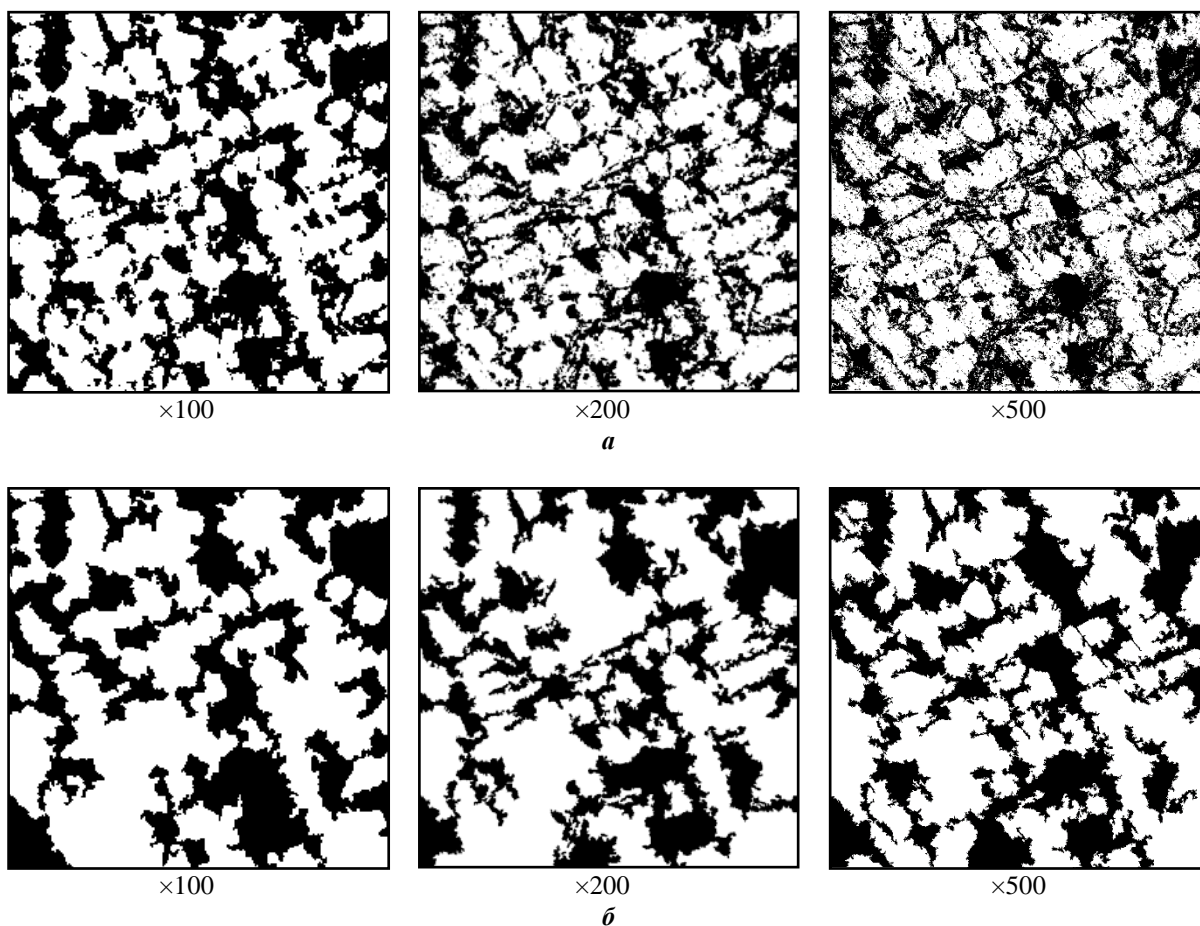


Рис. 3. Изображение фрагмента структуры никелевого твердого сплава после бинаризации (а) и фильтрации, ограничившей на всех изображениях минимальный размер их элементов уровнем менее 100 мкм^2 (б)

критичное для последующего их качественного (визуального) анализа, может сказаться на конечных результатах измерения геометрии структур.

Остается неизменным интерес и, собственно, к самим процедурам обработки изображений, степень оптимальности выбора которой в существенной мере определяет полноту извлечения информации о морфологии структур или изломов, ее объективность. Выбор таких алгоритмов должен учитывать механизм влияния строения структур на деформацию и разрушение материалов. Традиционные балльные оценки достаточно неплохо ранжируют структуры, однако при этом остается открытым вопрос, в какой мере выявляемые ими различия в структуре (от балла к баллу) влияют на разрушение металла. Это важно для выявления критических параметров структуры, определяющих разброс значений показателей вязкости металла.

Для балльных оценок характерна определенная субъективность и предполагается (по умолчанию) однородность структур в пределах фиксированного номера шкалы. В качестве меры такой однородности (с учетом статистической природы морфологии структур) можно принять значения коэффициентов асимметрии и эксцесса,

характеризующие вид распределения [9]. Если измерить после сканирования с разрешением 10 пк/дюйм изображения эталонных полей, приведенных в соответствующих нормативных документах, (в качестве примера взят ГОСТ 3443 (приложение 3, шкала 3Б)) и показатель структуры – площадь включений шаровидного графита, то можно сопоставить характеристики их распределений, соответствующих разным номерам шкалы (рис. 4). Оказалось, что значения коэффициентов асимметрии и эксцесса распределения значений площадей включений графита для изображений шкал (ШГ2, ..., ШГ12) варьируются в пределах от $-0,1$ и $0,1$ до $1,3$ и $-1,5$ соответственно. Однако известно, что распределение симметрично (как при нормальном распределении), когда коэффициент асимметрии равен нулю и чем ближе по модулю его величина к единице в одновершинных распределениях, тем асимметрия существеннее. При уровне коэффициента асимметрии (по модулю) менее $<0,25$, асимметрия считается незначительной, в диапазоне значений от $0,25$ до $0,5$ – умеренной, более $0,5$ – значительной. Положительный и отрицательный его знак указывает на смещение максимума распределения влево или вправо соответственно, а для коэффициента

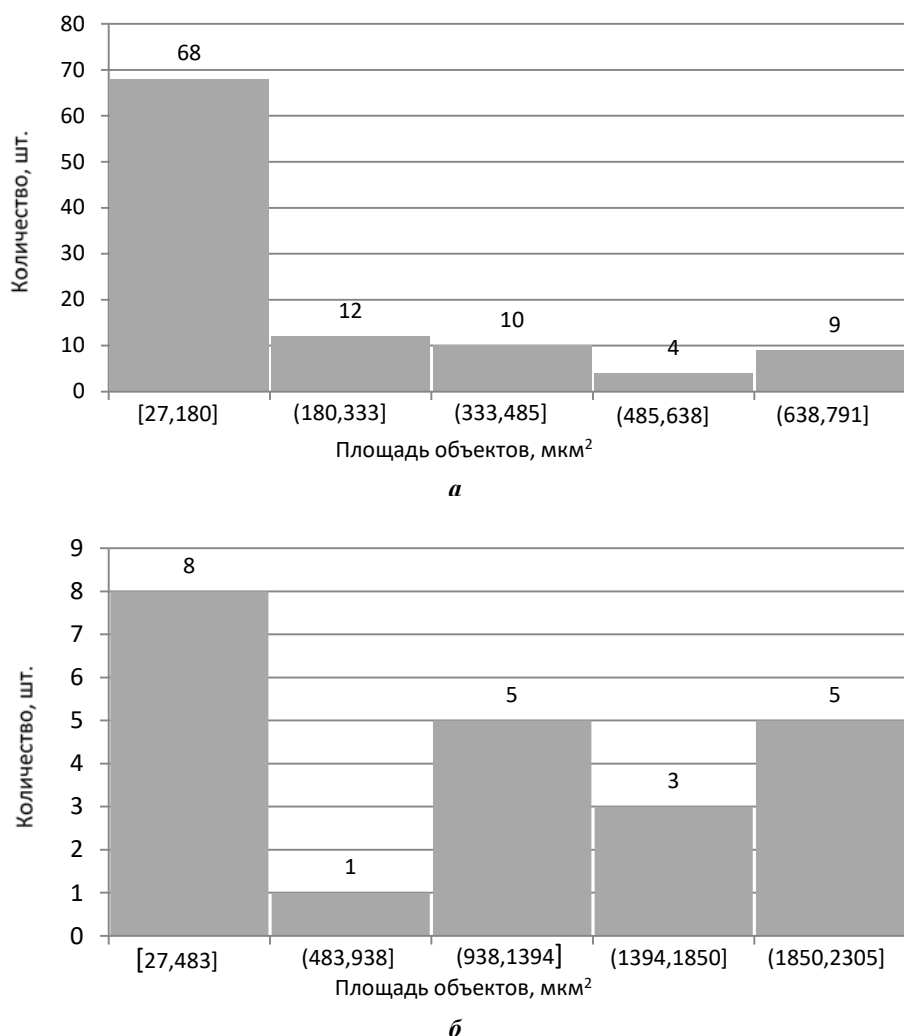


Рис. 4. Распределение включений шаровидного графита по площади на изображении эталонных шкал ГОСТ 3443 (приложение 3, шкала 3Б): ШГ2 (а) и ШГ6 (б)

эксцесса характеризует плоско- или островершинность распределения. Это означает, что у распределений частиц на изображениях эталонов, отвечающих различным номерам шкалы, наблюдается различие в их статистической природе. Нельзя, безусловно, исключить, что такая статистика может быть связана с малой площадью поля зрения эталона ($0,4 \text{ мм}^2$ в масштабе образца). В соответствии с ГОСТ балльная оценка применяется на шлифе площадью не менее $0,2\text{--}3,0 \text{ см}^2$. Однако это предполагает оценку масштабов наблюдения данного номера шкалы, а не оценку однородности строения изображения в пределах каждого номера шкалы.

Необходимость выбора минимальной площади поля зрения, обеспечивающей воспроизводимость получаемых результатов, актуальна для структур различной морфологии [3]. Ее выбор может быть осложнен выраженной структурной неоднородностью, когда различным участкам изделия соответствует структура, описываемая номером эталонной шкалы. Так, например, при исследовании загрязненности трех крупных поковок кубической формы из улучшаемой стали 38ХНЗМФА неметаллическими включениями (при увеличении 100 крат) была оценена вариация средних значений площадей НВ по кадрам площадью 80 мм^2 (эквивалент живого сечения ударного образца) на суммарной площади каждого шлифа площадью $\sim 320 \text{ мм}^2$ (рис. 5).

Очевидно, что при таком масштабе неоднородности (даже в мезомасштабах наблюдения) балльные оценки той или иной структуры должны быть дополнены массовыми прямыми измерениями геометрии их строения и соответствующих им изломов, выявлением их взаимосвязей [16; 17]. Цифровизация позволяет обеспечить массовость таких измерений и получить в том числе статистические оценки геометрических параметров структур, недоступные ранее из-за трудоемкости, что важно, в частности, при оценке роли разномасштабной полосчатости в микроструктуре при появлении неоднородности вязкости и пластичности листовых материалов.

В рамках данной работы это было наглядно использовано при сопоставлении неоднородности строения

феррито-перлитной полосчатости в структуре и сопутствующих изломов ударных образцов, отобранных от четырех партий листа из стали 09Г2С. С использованием метода секущих были измерены такие параметры структуры: размер зерна феррита, толщина полос перлита и расстояние между ними, поперечник фасеток в хрупких изломах, оценен балл полосчатости в соответствии с ГОСТ 5640. Показано (рис. 6), что при отсутствии значимого различия между средними значениями параметров структур и изломов, при вариации балла полосчатости от первого до третьего, статистические характеристики их распределений (коэффициенты эксцесса и асимметрии) изменяются существенно. При этом максимум величины коэффициента эксцесса и асимметрии для толщин полос перлита и размера фасеток наблюдался для партии металла, полосчатость которого в микроструктуре оценивалась вторым баллом. Это еще раз подтверждает необходимость оценки строения структур и изломов исходя из их статистической природы.

Альтернативный способ, позволяющий выявить наличие периодичности в микроструктуре с полосчатостью и определить ее характеристики, – Фурье-анализ [18; 19] распределения интенсивности яркости (в 256 оттенках серого) на ее цифровом изображении. В работе Фурье-преобразование проводилось для профилей интенсивности яркости, проведенных вдоль, между и поперек полос перлита (рис. 7).

Показано, что значения спектральной плотности для секущих, проведенных в поперечном (по отношению к полосам перлита) направлении, в 3–10 раз были больше соответствующих значений для остальных вариантов направлений секущих. Ему отвечает среднее значение периода, равное $19,2 \pm 0,8 \text{ мкм}$ (усредненное по 10 секущим), что соответствует среднему значению расстояния между полосами перлита, определенному традиционным способом (пошаговое измерение расстояния между смежными полосами перлита вдоль секущих). Аналогичные результаты были получены при выявлении периодичности на изображениях феррито-

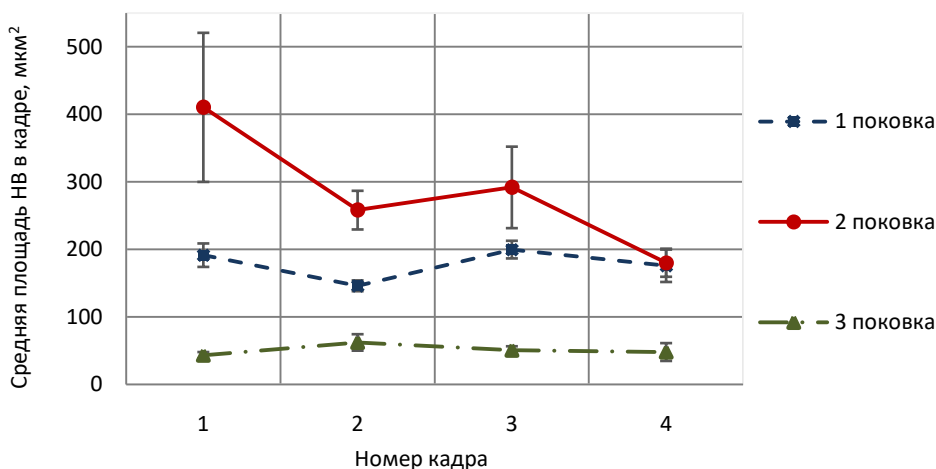


Рис. 5. Вариация средних значений площадей неметаллических включений, измеренных на кадрах площадью 80 мм^2 , на образцах (площадью $\sim 320 \text{ мм}^2$ каждый), отобранных от трех крупных поковок из улучшаемой стали 38ХНЗМФА

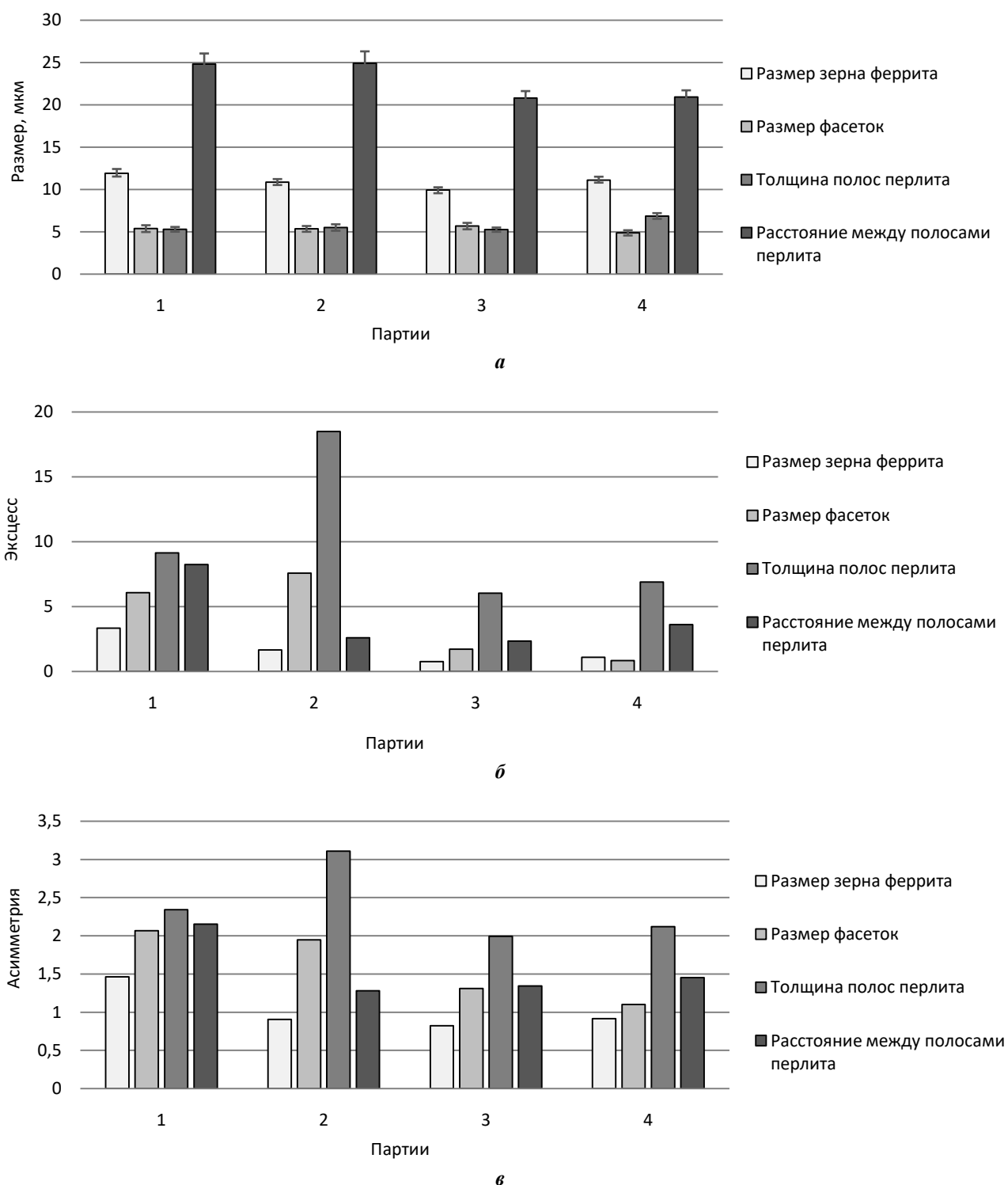


Рис. 6. Сопоставление средних значений геометрических параметров полосчатости в микроструктуре (в диапазоне 1–3 балла по ГОСТ 5640): размера зерна феррита, толщины полос перлита и расстояния между ними; размера фасеток в хрупких изломах (а) и статистических характеристик их распределений: коэффициентов эксцесса (б) и асимметрии (в) (ударных образцов, отобранных от четырех партий листовой стали 09Г2С)

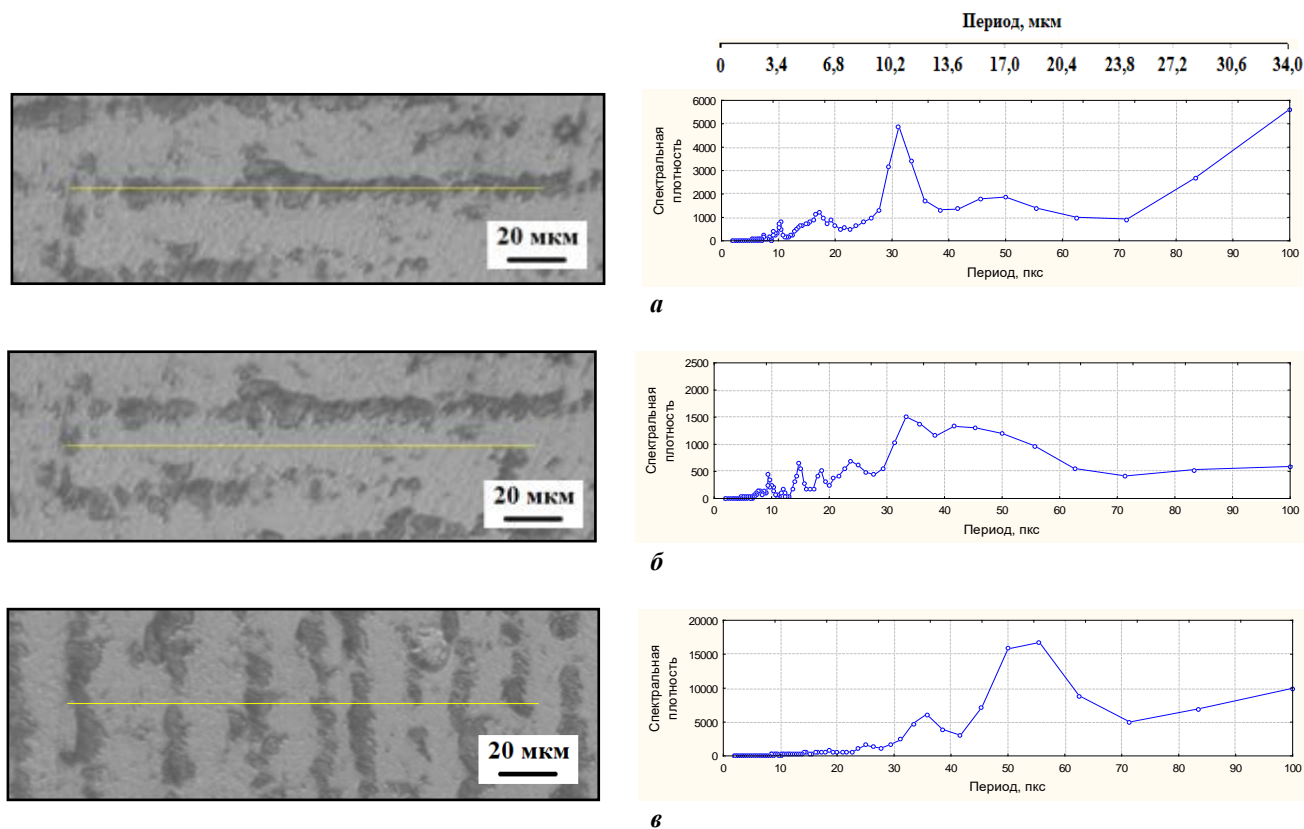


Рис. 7. Кривые спектральной плотности, полученные для профилей интенсивности яркости в 256 оттенках серого, проведенных вдоль (а), между (б) и поперек (в) полос перлита в микроструктуре с полосчатостью (балл 3) листовой стали 09Г2С

перлитной полосчатости в микроструктуре и сопутствующих им изображениях изломов ударных образцов из стали СтЗсп. Это позволило установить наличие взаимосвязи между параметрами феррито-перлитной структурной полосчатости (размер зерна феррита и шаг полос перлита) и морфологии вязкого излома (размер ямок в изломе и периодичность его мезорельефа), что обычно затруднено при использовании балльных оценок при оценке полосчатости в микроструктуре [20].

Была также оценена возможность применения Фурье-преобразования в более сложных случаях, в частности, при наличии «размытых» полос перлита и неоднородности в их расположении. Для этого были смоделированы изображения бинарной полосчатой микроструктуры с различным шагом темных полос (сопоставимые по своим размерам с эталонными шкалами полосчатости ГОСТ 5640). Эти полосы поэтапно «размывали» и определяли значения спектральной плотности кривых распределения интенсивности яркости вдоль секущих (10 на каждое изображение), расположенных перпендикулярно направлению «прокатки» (рис. 8). Для самого «дефектного» изображения (шестая итерация «размытия») степень совпадения с первичным изображением (по абсолютному значению периодичности) была не менее 60%. Такие результаты указывают на перспективность развития данного подхода при описании полосчатости в микроструктуре. Однако очевидно, что при дальнейшей разработке методики необходимо принять во внимание масштабный (размерный) фактор,

играющий существенную роль в обеспечении необходимой воспроизводимости результатов измерений.

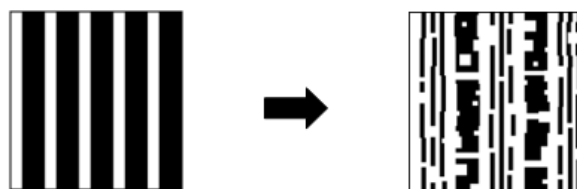


Рис. 8. Моделирование размытия изображения полосчатой структуры: изображение исходное и после «размытия» (шестая итерация)

Таким образом, цифровизация изображений в материаловедении при своем последующем развитии позволит уточнить алгоритмы подготовки изображений к обработке, развить алгоритмы самой обработки изображений, что в конечном итоге позволит применять количественные меры при измерении морфологии структур и изломов.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Полученные результаты позволили уточнить некоторые практические вопросы, связанные с получением корректного цифрового изображения структур, в частности вариации времени травления для выявления

микроструктуры и увеличения световой микроскопии. Исходя из особенностей гистограмм распределения значений геометрических параметров полученных изображений (асимметричные и бимодальные) оценены риски применения критериев классической статистики при сопоставлении результатов измерения нескольких выборок по их средним значениям. Показано, что применение критериев непараметрической статистики более полно учитывает статистическую природу строения структур и изломов.

Использование статистических характеристик распределения параметров геометрии изображения (коэффициенты эксцесса и асимметрии) показало, что статистическая природа морфологии структур получила свое отражение в эталонных шкалах структур, в частности, в классификации включений шаровидного графита в соответствии с ГОСТ 3443 (приложение 3, шкала 3Б).

С использованием коэффициентов асимметрии и эксцесса распределения значений геометрических параметров изображений полосчатости в микроструктуре и сопутствующих изломах стало возможным выявить различия в их морфологии (в диапазоне балльной оценки от первого до третьего балла). Показана перспективность использования Фурье-преобразования для описания подобных структур с целью выявления масштабов их периодичности.

Показано (оценка вариации загрязненности металла крупных поковок из стали 38ХНЗМФА неметаллическими включениями), что масштаб наблюдения имеет существенное значение при получении воспроизводимых результатов измерений геометрии НВ.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Штремель М.А. Прочность сплавов. Ч. 2. Деформация. М.: МИСиС. 1997. 527 с.
2. Штремель М.А. Разрушение. Кн. 2. Разрушение структур. М.: МИСиС, 2015. 976 с.
3. Соколовская Э.А. О воспроизводимости результатов измерений структур и изломов с использованием компьютеризированных процедур // Вопросы материаловедения. 2013. № 4. С. 143–153.
4. Михайлович А.П., Сивкова Т.А., Кадушников Р.М., Сомина С.В. Металлографический анализ: история и перспективы развития // Мир измерений. 2014. № 2. С. 3–9.
5. Колишон Э.Ю., Дурьнин В.А., Казаков А.А., Житенев А.И., Титова Т.И., Малыгина О.Ю. Металлографический контроль заготовок ответственных изделий энергомашиностроения и автоматизация методов исследования микроструктуры // Тяжелое машиностроение. 2016. № 11-12. С. 2–8.
6. Яценко Р.В., Терновой Ю.Ф., Яценко М.Ю. Использование современных средств количественной металлографии // Металлургическая и горнорудная промышленность. 2012. № 1. С. 59–64.
7. Duval L., Moreaud M., Couprie C., Jeulin D., Talbot H., Angulo J. Image processing for materials characterization: issues, challenges and opportunities // IEEE International Conference on Image Processing (ICIP). Paris, 2014. P. 4862–4866.
8. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Траченко В.А., Скородумов С.В., Папина К.Б., Мишнев П.А., Палигин Р.Б., Балашов С.А., Огольцов А.А. Факторы неоднородности

качества листовой стали // Электromеталлургия. 2013. № 9. С. 23–33.

9. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Ахмедова Т.Ш., Пережогин В.Ю. Информативность морфологии структур твердых сплавов для прогноза качества наплавов // Цветные металлы. 2017. № 12. С. 78–83.
10. Салтыков С.А. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, 1970. 376 с.
11. Анисович А.Г. Современная металлография – основа литейного материаловедения // Литье и металлургия. 2019. № 2. С. 99–108.
12. Исрафилов Х.С. Исследование методов бинаризации изображений // Вестник науки и образования. 2017. Т. 2. № 6. С. 43–50.
13. Malage A., Rege P.P., Rathod M.J. Automatic quantitative analysis of microstructure of ductile cast iron using digital image processing // Metallurgical and Materials Engineering. 2015. Vol. 21. № 3. P. 155–165.
14. Vander Voort G.F. Metallography: Principles and Practice. ASM International, 1999. 752 p.
15. Анисович А.Г. Резкость изображений в металлографии // Литье и металлургия. 2018. № 3. С. 76–81.
16. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ахмедова Т.Ш., Васильев С.Г. Использование компьютеризированных процедур для оценки неоднородности структур твердых сплавов // Металлургия. 2016. № 12. С. 77–80.
17. Казаков А.А., Житенев А.И., Салынова М.А. Оценка крупных одиночных неметаллических включений в стали с помощью статистики экстремальных значений // Черные металлы. 2018. № 11. С. 70–74.
18. Шапиро Л., Стокман Дж. Компьютерное зрение. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. 752 с.
19. Гонсалес Р., Вудс Р., Эддинс С. Цифровая обработка изображений. М.: Техносфера, 2005. 1072 с.
20. Kazakov A.A., D. Kiselev D.V., Pakhomova O.V. Microstructural Quantification for Pipeline Steel Structure-Property Relationships // CIS Iron and Steel Review. 2012. № 1. P. 4–12.

REFERENCES

1. Shtremel M.A. *Prochnost' splyavov. Ch. 2. Deformatsiya* [The strength of alloys. Part 2. Deformation]. Moscow, MISIS Publ., 1997. 527 p.
2. Shtremel M.A. *Razrushenie. Kn. 2. Razrushenie struktur* [Destruction. Book 2. Destruction of structures]. Moscow, MISIS Publ., 2015. 976 p.
3. Sokolovskaya E.A. On the results reproducibility of structures and fractures measurements using computerized procedures. *Voprosy materialovedeniya*, 2013, no. 4, pp. 143–153.
4. Mikhaylovich A.P., Sivkova T.A., Kadushnikov R.M., Somina S.V. Metallographic analysis: history and development prospects. *Mir izmereniy*, 2014, no. 2, pp. 3–9.
5. Kolphishon E.Yu., Duryinin V.A., Kazakov A.A., Zhitenev A.I., Titova T.I., Malykhina O.Yu. Metallographic examination of semi-finished metallurgical products of critical parts of power plant industry and automation of microstructure research methods. *Tyazheloe mashinostroenie*, 2016, no. 11-12, pp. 2–8.
6. Yatsenko R.V., Ternovoy Yu.F., Yatsenko M.Yu. Use of modern means of quantitative metallography. *Metallur-*

- gicheskaya i gornorudnaya promyshlennost*, 2012, no. 1, pp. 59–64.
7. Duval L., Moreaud M., Couprie C., Jeulin D., Talbot H., Angulo J. Image processing for materials characterization: issues, challenges and opportunities. *IEEE International Conference on Image Processing (ICIP)*. Paris, 2014, pp. 4862–4866.
 8. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Trachenko V.A., Skorodumov S.V., Papina K.B., Mishnev P.A., Paligin R.B., Balashov S.A., Ogol'tsov A.A. Quality nonuniformity factors for sheet steel. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2014, vol. 2014, no. 6, pp. 489–497.
 9. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Akhmedova T.Sh., Perezhogin V.Yu. Information content of hard alloy structures morphology for the forecast of facing quality. *Tsvetnye metally*, 2017, no. 12, pp. 78–83.
 10. Saltykov S.A. *Stereometricheskaya metallografiya* [Stereometric metallography]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1970. 376 p.
 11. Anisovich A.G. Modern metallography – the basis of foundry material science. *Lit'e i metallurgiya*, 2019, no. 2, pp. 99–108.
 12. Israfilov H.S. Research of methods for binarisation of images. *Vestnik nauki i obrazovaniya*, 2017, vol. 2, no. 6, pp. 43–50.
 13. Malage A., Rege P.P., Rathod M.J. Automatic quantitative analysis of microstructure of ductile cast iron using digital image processing. *Metallurgical and Materials Engineering*, 2015, vol. 21, no. 3, pp. 155–165.
 14. Vander Voort G.F. *Metallography: Principles and Practice*. ASM International, 1999. 752 p.
 15. Anisovich A.G. The sharpness of the images in metallography. *Lit'e i metallurgiya*, 2018, no. 3, pp. 76–81.
 16. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Perezhogin V.Yu., Akhmedova T.Sh., Vasil'ev S.G. Use of computerized procedure for evaluation of inhomogeneity of hard alloys structures. *Metallurg*, 2016, no. 12, pp. 77–80.
 17. Kazakov A.A., Zhitenev A.I., Salynova M.A. Estimation of single large nonmetallic inclusions in steel using statistics of extreme values. *Chernye metally*, 2018, no. 11, pp. 70–74.
 18. Shapiro L., Stokman J. *Kompyuternoe zrenie* [Computer vision]. Moscow, BINOM. Laboratoriya znaniy Publ., 2013. 752 p.
 19. Gonsales R., Vuds R., Eddins S. *Tsifrovaya obrabotka izobrazheniy* [Digital image processing]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2005. 1072 p.
 20. Kazakov A.A., D. Kiselev D.V., Pakhomova O.V. Microstructural Quantification for Pipeline Steel Structure-Property Relationships. *CIS Iron and Steel Review*, 2012, no. 1, pp. 4–12.

SOME PRACTICAL CONCERNS RELATED TO COMPUTER PROCEDURES OF PROCESSING IMAGES IN MATERIAL SCIENCE

© 2019

A.V. Kudrya, Doctor of Sciences (Engineering), professor of Chair of Metal Science and Strength Physics
E.A. Sokolovskaya, PhD (Engineering), assistant professor of Chair of Metal Science and Strength Physics
V.Yu. Perezhogin, postgraduate student of Chair of Metal Science and Strength Physics
Ngo Ngoc Ha, postgraduate student of Chair of Metal Science and Strength Physics
National University of Science and Technology "MISIS", Moscow (Russia)

Keywords: structure morphology; etching; noise filtering; excess and asymmetry coefficients; field of view area; digital image; structure and fracture images; banding image in microstructure; image processing procedures.

Abstract: The traditional approach to ranking structures and fractures as the comparison with standards (pictures) does not allow to objectively describe the existing diversity of their geometry, to provide the direct comparison of the morphology of structures and fractures to identify critical parameters of structures determining the difference in their resistance to fracture. Formalization of approaches to the description of digital images of structures and fractures is complicated, in particular, due to the differences in the mechanisms of destruction of nominally similar structures that differ in the geometry of the structure of its individual elements and their configuration as a whole; the resulting differences in the metrological support of image processing procedures. It is usually understood that this is provided by default within the framework of the specialized software products used, but in practice, the necessary attention to comparing the alternative options for image processing procedures to choose the optimal one is not always paid.

In this regard, the paper considers some aspects of obtaining digital images of structures and fractures, their processing, providing reproducible and comparable results that carry meaningful information about their morphology. In particular, the authors evaluated the role of the etching duration, the choice of the optimal magnification of the microscope (in the range of values comparable in their capabilities to solve a specific problem), and the noise removal procedure. The paper discusses the approaches to the selection of effective image processing algorithms, for example, when changing over from the point estimates of structures to the measuring of their geometry (taking into account the ideas about the statistical nature of structures and fractures, measurement scales). The authors estimated the efficiency of using classical and nonparametric statistics when comparing the results of measurements of the structures and fractures geometry, and the possibility of classifying “blurry” images of microstructures based on the Fourier transform.

Based on the results obtained, the authors reviewed some procedures for processing the images of structures and fractures and showed that the use of statistical characteristics of images of structures and fractures makes it possible to rank more objectively the structures according to their geometry.

УПРУГО-ПЛАСТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТРАБЕКУЛЯРНОЙ КОСТНОЙ ТКАНИ

© 2019

Г.П. Панфилов, магистрант кафедры «Физика конденсированного состояния и наноразмерных систем»
Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург (Россия)

М.В. Гилев, кандидат медицинских наук, доцент,
доцент кафедры «Оперативная хирургия и топографическая анатомия»,
заведующий лабораторией «Медицинское материаловедение и биокерамика»
Уральский государственный медицинский университет, Екатеринбург (Россия)
Институт высокотемпературной электрохимии
Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

М.Ю. Измоденова, студент педиатрического факультета
Уральский государственный медицинский университет, Екатеринбург (Россия)

Д.В. Зайцев, доктор физико-математических наук,
доцент кафедры «Физика конденсированного состояния и наноразмерных систем»,
ведущий научный сотрудник лаборатории «Медицинское материаловедение и биокерамика»
Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург (Россия)
Институт высокотемпературной электрохимии
Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

Ключевые слова: трабекулярная костная ткань; деформационное поведение; одноосное сжатие; необратимая деформация.

Аннотация: Трабекулярная костная ткань представляет собой природный композитный материал с развитой иерархической структурой. Детальное изучение ее механических свойств важно как для понимания механизма возникновения травм, так и для разработки оптимальных конструкций для остеосинтеза, протезирования и замещения костных дефектов. Изучение механического поведения трабекулярной кости при циклической нагрузке является основополагающим для формирования современных подходов к профилактике, а также консервативному и хирургическому лечению переломов, так как в различных участках скелета костная ткань имеет разный запас прочности.

Деформационное поведение при одноосном сжатии исследовалось на 5 цилиндрических образцах, изготовленных из фрагментов трабекулярной костной ткани латерального мышечка большеберцовой кости человека. Изучено соотношение упругой и необратимой деформаций в трабекулярной костной ткани субхондральной области большеберцовой кости при одноосном сжатии в зависимости от величин прикладываемой нагрузки и общей деформации. Поэтапное нагружение осуществлялось с шагом 0,5 % до 10 % деформации, далее с шагом 1 % до 15 % деформации. Показано, что трабекулярная кость способна как к упругой, так и к пластической деформации. Упругие свойства костной ткани незначительно снижаются только при появлении макроскопических трещин в образце. Благодаря высокой пористости (30–90 %) и органическим компонентам, трабекулярная кость способна значительно деформироваться. Деформация менее ~3 % является упругой и, следовательно, не приводит к необратимым изменениям в трабекулярной костной ткани. При деформациях, превышающих 3 %, происходят необратимые изменения микроструктуры костной ткани, которые приводят к импрессионному перелому костей конечностей.

ВВЕДЕНИЕ

Трабекулярная костная ткань представляет собой уникальный природный композит, в микроструктуре которого можно выделить три уровня иерархии. Первый уровень – это минерализованные коллагеновые волокна (диаметром ≈ 100 нм). На втором уровне волокна, располагающиеся в несколько слоев, образуют пластинки толщиной около 7 мкм. В пределах каждого слоя волокна лежат в одном направлении, но по отношению к соседним слоям/плоскостям они образуют угол в зависимости от направления нагрузки в данной анатомической области. Группы костных пластинок, располагаясь по линиям наибольших нагрузок, формируют костные перекладины, или трабекулы губчатого вещества, – третий уровень [1–3].

Губчатое вещество – неоднородный и анизотропный материал [4–6]. Благодаря высокой пористости (30–90 %) и органическим компонентам, трабекулярная кость способна значительно деформироваться [7]. Детальное изучение ее механических свойств важно как

для понимания механизма возникновения травм, так и для разработки оптимальных конструкций для остеосинтеза, протезирования и замещения костных дефектов [8]. В физиологических условиях в костной ткани постоянно возникают деформации, вызванные сокращениями мышц при выполнении локомоторных функций, которые индуцируют механические сигналы, запускающие процессы адаптивной реорганизации скелета. Превышающая адаптационные возможности ткани циклическая нагрузка способна вызвать усталостный перелом, поэтому моделирование поведения кости при циклическом нагружении имеет практическое значение [9; 10].

Поэтапное нагружение при одноосном сжатии позволит оценить вклад упругой и пластической деформации в деформационное поведение кости, а также определить величину деформации, которую кость способна выдержать без разрушения и необратимой деформации, что важно для прогнозирования ее взаимодействия с различными устройствами, применяемыми в оперативной травматологии и ортопедии [11].

Цель работы – изучение соотношения упругой деформации и необратимой деформации в трабекулярной кости субхондральной области при одноосном сжатии в зависимости от величин прикладываемой нагрузки и общей деформации.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследование деформационного поведения при одноосном сжатии проводилось на 5 цилиндрических образцах, изготовленных из фрагментов трабекулярной костной ткани латерального мыщелка большеберцовой кости человека. Диаметр и высота образцов – 6 мм. Забор материала для исследования осуществлялся согласно протоколу экспериментального исследования, который был одобрен локальным этическим комитетом ФГБОУ ВО УГМУ, Екатеринбург. Из костных фрагментов при помощи корончатого полого алмазного сверла были высверлены заготовки цилиндрической формы. С учетом того, что микроструктура трабекулярной костной ткани анизотропна, все образцы были высверлены в одном направлении. Главная ось цилиндра, соответствующая направлению сжатия, совпадала с вектором осевой нагрузки на бедренную кость при хождении человека. При сверлении костный фрагмент был полностью погружен в воду для предотвращения его нагрева и повреждения органических компонент. После сверления торцы цилиндрической заготовки отрезали при помощи высокоскоростной пилы с алмазным диском. Во время резки на место реза также подавалась вода. Для достижения плоскопараллельности торцов и нужной высоты образца торцы цилиндрической заготовки полировали на алмазной чашке с водным охлаждением.

Испытания на одноосное сжатие проводили на испытательной машине Shimadzu AG-X 50kN (Япония) со скоростью нагружения 0,5 мм/мин. Образец нагружали до достижения заданной величины деформации, далее следовала разгрузка образца. При поэтапном нагруже-

нии следующее нагружение образца выполняли с большей величиной деформации. При последующих нагружениях величина заданной деформации возрастала. Поэтапное нагружение осуществлялось с шагом 0,5 % до 10 % деформации, далее с шагом 1 % до 15 % деформации. Деформация рассчитывалась исходя из исходной высоты образца. При достижении предела упругости после каждого последующего этапа нагружения образец испытывал необратимую деформацию, и его высота изменялась, поэтому для определения достоверной величины деформации после каждого этапа нагружения образец фотографировали и измеряли его высоту. После завершения испытаний на каждом этапе нагружения заносили данные о высоте образца в стандартное программное обеспечение для машин серии Shimadzu AG-X и пересчитывали полученные результаты.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Трабекулярная костная ткань при сжатии представляет собой упруго-пластичный материал. Типичная деформационная кривая при нагружении до деформации 3 % и разгрузке образца трабекулярной костной ткани представлена на рис. 1. На деформационной кривой на этапе нагружения можно выделить три характерных участка. На первом участке (от 0 до $\epsilon=0,4-0,5$ % при $\sigma=0,3$ МПа) зависимость деформации от приложенного напряжения нелинейная, что обычно связано с качеством подготовки поверхностей образца. Далее наблюдается участок, который можно аппроксимировать прямой линией. Протяженность второго участка – от 0,5 до 2,2 % при 0,3 и 4,2 МПа соответственно. После этого зависимость деформации от приложенного напряжения перестает быть линейной. Протяженность третьего участка – от 2,2 до 25–30 % при 4,2 и 5,7 МПа соответственно. Полная деформация образца составила $\epsilon=3$ %. При разгрузке зависимость деформации от напряжения нелинейная. Величина деформации падает до $\approx 0,9$ %.

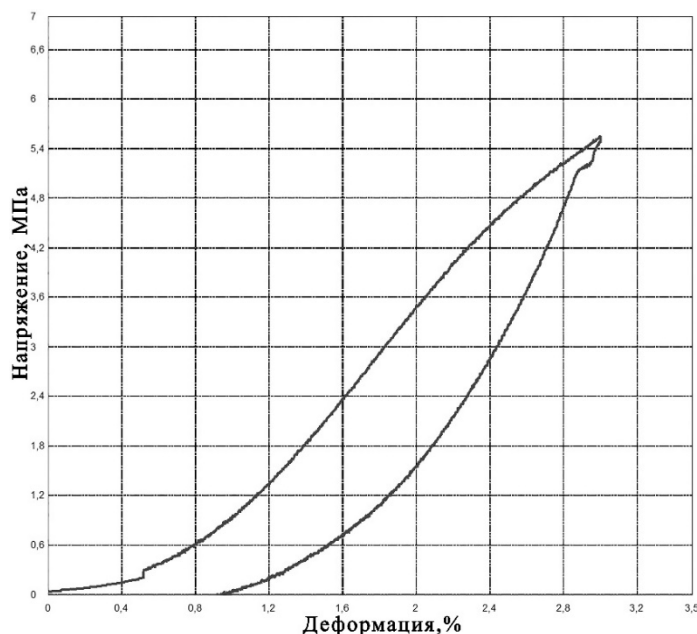


Рис. 1. Типичная деформационная кривая трабекулярной костной ткани при сжатии «нагрузка – разгрузка»

При поэтапных сжатиях форма деформационных кривых и, как следствие, деформационное поведение кости качественно не изменялись (рис. 2). Показано, что трабекулярная кость способна к значительной пластической деформации без разрушения. Появление видимых трещин на поверхностях образца наблюдалось только после достижения общей деформации ~15% (рис. 3). В некоторых случаях, при больших деформациях, отмечался небольшой наклон образца, что связано с его неоднородной микроструктурой. Несмотря на возникновение макроскопических (длина трещины со-

поставима с размером образца) трещин в образце, при дальнейшем нагружении распада на части не происходило вплоть до деформации, превышающей 20%, а с учетом накопленной деформации при пошаговом нагружении – 40%. Форма деформационной кривой не изменилась с появлением трещин в образце (рис. 2). При каждом шаге нагружения величина упругой деформации возрастала до 15% деформации, затем начинала снижаться. Пластическая деформация достоверно появлялась с ~3% и монотонно увеличивалась с каждым этапом нагружения (рис. 4).

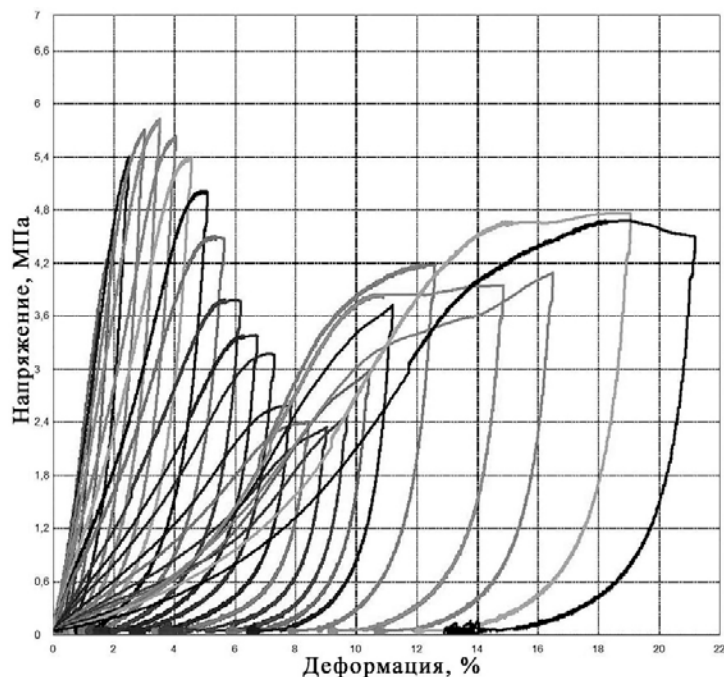


Рис. 2. Деформационные кривые образца костной ткани при поэтапном нагружении

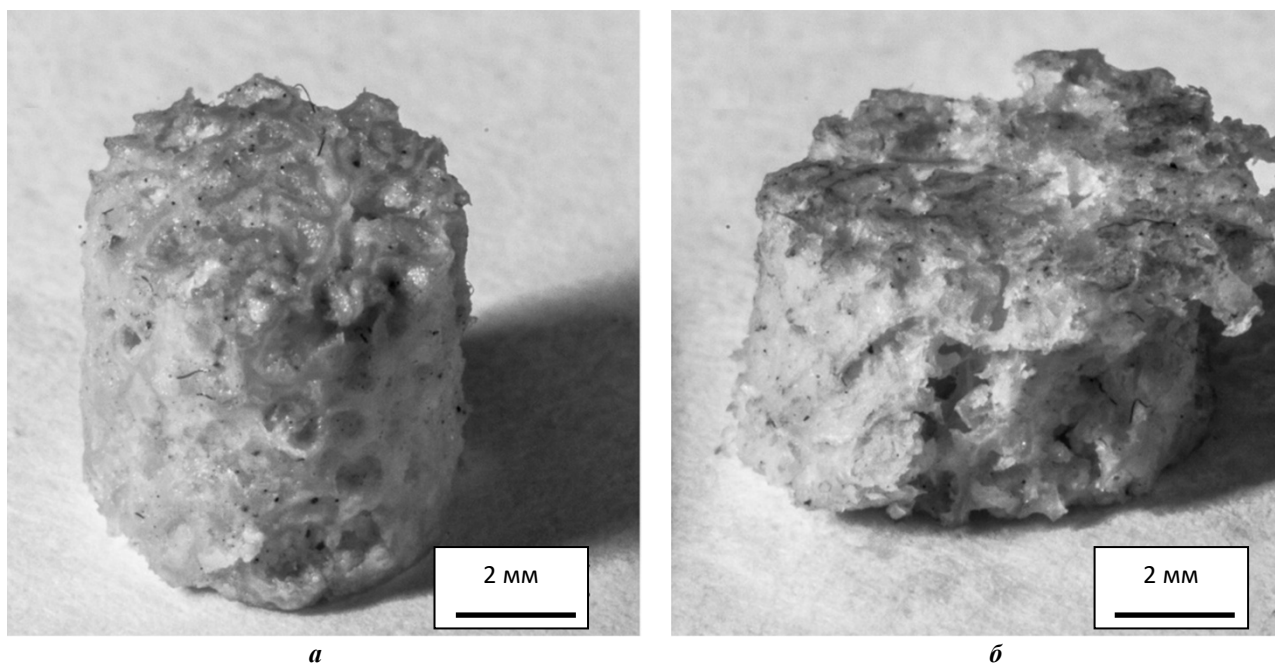


Рис. 3. Образец на сжатие, изготовленный из трабекулярной кости: а – исходный; б – после испытания

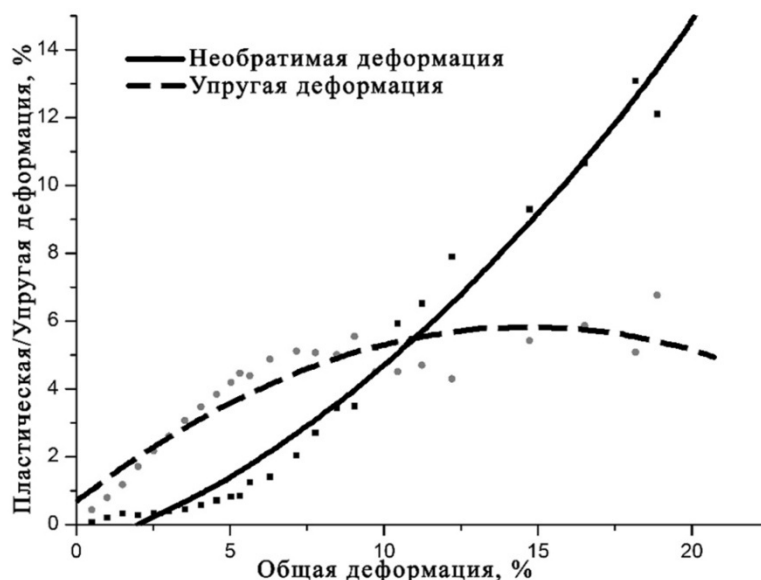


Рис. 4. Соотношение упругой и пластической деформации образца трабекулярной костной ткани при увеличении числа циклов нагружения – разгрузки

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Исследование механического поведения кости при циклической нагрузке в областях с высоким риском переломов является основополагающим для формирования современных подходов к профилактике, а также консервативному и хирургическому лечению травм. В различных участках скелета костная ткань имеет разный запас прочности. В одном из исследований механики костной ткани было показано, что фрагменты темных костей способны противостоять деформациям, более чем в 40 раз превышающим обычную физиологическую величину [12]. Однако в длинных трубчатых костях конечностей обычные физиологические деформации только в 3–4 раза меньше критических величин, при которых возникает перелом.

Нагружение до 3 % деформации цилиндрического образца и последующее разгружение показало, что трабекулярная кость способна как к упругой, так и к необратимой, или пластической, деформации. Поэтапное нагружение подтвердило эти данные. На каждом этапе нагружения в образце наблюдались упругие и пластические деформации. Несмотря на наличие трещин в образцах и суммарной деформации ~40 %, образцы не распались на части. Деформационное поведение образцов не изменялось с появлением в них трещин (рис. 2): происходило незначительное снижение упругих свойств образца, тогда как характер роста необратимой деформации не изменялся.

Согласно полученным данным, можно сказать, что деформация трабекулярной костной ткани субхондральной области до 3 % является обратимой. Незначительные пластические деформации в диапазоне 0–3 % полной деформации, скорее всего, появляются из-за факторов, связанных с подготовлением образцов для механических испытаний, поэтому в реальных условиях необратимых изменений до 3 % полной деформации быть не должно. Структурные изменения в трабекулярной кости при этом обратимы и являются физиологическими – безопасными. При нагружении бо-

лее 3 % в трабекулярной кости возникают необратимые деформации.

Морфологически костная ткань представляет собой систему сообщающихся между собой полостей и канальцев, внутри которых происходит перемещение костной жидкости, – так называемую лакунарно-канальцевую систему. Такая архитектура обуславливает высокую чувствительность клеток костной ткани к механическим нагрузкам. Основными транспортными механизмами являются диффузия и конвекционные потоки костной жидкости, которые инициируют циклические деформации костных структур, возникающие при выполнении локомоторных функций [13; 14], то есть циклическая нагрузка модулирует транспорт молекул. Следовательно, при снижении двигательной активности, вызванном, например, заболеванием или травмой, эффективность конвекционного механизма снижается. Описанные выше механизмы легли в основу механостатической теории, согласно которой морфологическая перестройка архитектуры скелета путем ремоделирования в ходе жизнедеятельности клеток костной ткани происходит при отклонении величины деформаций костной ткани под влиянием механической нагрузки за пределы физиологических порогов [15; 16]. Таким образом, в ходе эволюционных преобразований клетки костной ткани выработали способность чутко реагировать на изменение окружающей их механической среды, вызванное циклическим нагружением, и преобразовывать механические сигналы в химические. Следовательно, нормальное функционирование костной ткани определяется возникновением в ней деформаций. Однако важно, чтобы они не превышали пределов адаптации ткани, чтобы избежать перелома.

Появление необратимых изменений структуры при деформации более 3 % характеризуется опусканием субхондральной пластины, нарушением функции сустава и расценивается как перелом, требующий хирургического лечения. Принцип хирургического лечения заключается в поднятии вдавленной костной пластины

и заполнении структурного дефекта костной ткани с целью ускорения ее регенерации и предупреждения вторичного проседания пластины [17–19]. Детальное изучение механизмов повреждения трабекулярной костной ткани вносит вклад в разработку методов хирургического лечения повреждений субхондральной пластины. Научно обоснованный подход к технике операций и подбору остеозамещающих материалов позволит улучшить как ближайшие, так и отдаленные функциональные результаты больных данного профиля [20].

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Показано, что трабекулярная кость субхондральной области способна как к упругой, так и к пластической деформации, несмотря на появление в ней трещин. Упругие свойства начинают незначительно снижаться только при появлении макроскопических трещин в образце. Деформация до ~3 % является только упругой и, следовательно, не приводит к необратимым изменениям в трабекулярной костной ткани, поэтому ее можно расценивать как безопасную. При деформации, превышающей 3 %, в трабекулярной кости возникают необратимые деформации, что в реальных условиях приводит к импрессионному перелому костной ткани.

Работа выполнена при поддержке РФФИ № 18-38-20097.

Статья подготовлена по материалам докладов участников IX Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2019) с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 9–13 сентября 2019 года.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Damm N.B., Morlock M.M., Bishop N.E. Influence of trabecular bone quality and implantation direction on press-fit mechanics // *Journal of Orthopaedic Research*. 2017. Vol. 35. № 2. P. 224–233.
- De Bakker C.M.J., Tseng W.J., Li Y., Zhao H., Liu X.S. Clinical Evaluation of Bone Strength and Fracture Risk // *Current Osteoporosis Reports*. 2017. Vol. 15. № 1. P. 32–42.
- Georgiou L., Kivell T.L., Pahr D.H., Skinner M.M. Trabecular bone patterning in the hominoid distal femur // *PeerJ*. 2018. № 7. P. 5156.
- Chang G., Boone S., Martel D., Rajapakse C.S., Hallyburton R.S., Valko M., Honig S., Regatte R.R. MRI assessment of bone structure and microarchitecture // *Journal of Magnetic Resonance Imaging*. 2017. Vol. 46. № 2. P. 323–337.
- Rudäng R., Darelid A., Nilsson M., Mellström D., Ohlsson C., Lorentzon M. X-ray-verified fractures are associated with finite element analysis-derived bone strength and trabecular microstructure in young adult men // *Journal of Bone and Mineral Research*. 2013. Vol. 28. № 11. P. 2305–2316.
- De Bakker C.M., Li Y., Zhao H., Leavitt L., Tseng W.J., Lin T., Tong W., Qin L., Liu X.S. Structural Adaptations in the Rat Tibia Bone Induced by Pregnancy and Lactation Confer Protective Effects Against Future Estrogen Deficiency // *Journal of Bone and Mineral Research*. 2018. Vol. 33. № 12. P. 2165–2176.
- De Bakker C.M.J., Tseng W.J., Li Y., Zhao H., Altman-Singles A.R., Jeong Y., Robberts J., Han L., Kim D.G., Sherry Liu X. Reproduction Differentially Affects Trabecular Bone Depending on Its Mechanical Versus Metabolic Role // *Journal of Biomechanical Engineering*. 2017. Vol. 139. № 11. P. 111006.
- De Bakker C.M., Altman-Singles A.R., Li Y., Tseng W.J., Li C., Liu X.S. Adaptations in the Microarchitecture and Load Distribution of Maternal Cortical and Trabecular Bone in Response to Multiple Reproductive Cycles in Rats // *Journal of Bone and Mineral Research*. 2017. Vol. 32. № 5. P. 1014–1026.
- Edd S.N., Omoumi P., Andriacchi T.P., Jolles B.M., Favre J. Modeling knee osteoarthritis pathophysiology using an integrated joint system (IJS): a systematic review of relationships among cartilage thickness, gait mechanics, and subchondral bone mineral density // *Osteoarthritis and Cartilage*. 2018. Vol. 26. № 11. P. 1425–1437.
- Hammond M.A., Wallace J.M., Allen M.R., Siegmund T. Mechanics of linear microcracking in trabecular bone // *Journal of Biomechanics*. 2019. Vol. 83. P. 34–42.
- Bakalova L.P., Andreasen C.M., Thomsen J.S., Brüel A., Hauge E.M., Kiil B.J., Delaisse J.M., Andersen T.L., Kersh M.E. Intracortical Bone Mechanics Are Related to Pore Morphology and Remodeling in Human Bone // *Journal of Bone and Mineral Research*. 2018. Vol. 33. № 12. P. 2177–2185.
- Currey J. The mechanical adaptations of bones. New Jersey: Princeton University Press, 1984. 306 p.
- Milovanovic P., Djonic D., Hahn M., Amling M., Busse B., Djuric M. Region-dependent patterns of trabecular bone growth in the human proximal femur: A study of 3D bone microarchitecture from early postnatal to late childhood period // *American Journal of Physical Anthropology*. 2017. Vol. 164. № 2. P. 281–291.
- Cui W.Q., Won Y.Y., Baek M.H., Lee D.H., Chung Y.S., Hur J.H., Ma Y.Z. Age- and region-dependent changes in three-dimensional microstructural properties of proximal femoral trabeculae // *Osteoporosis International*. 2008. Vol. 19. № 11. P. 1579–1587.
- Hsu P.Y., Tsai M.T., Wang S.P., Chen Y.J., Wu J., Hsu J.T. Cortical Bone Morphological and Trabecular Bone Microarchitectural Changes in the Mandible and Femoral Neck of Ovariectomized Rats // *PLoS ONE*. 2016. Vol. 11. № 4. P. 0154367.
- Ryan T.M., Krovitz G.E. Trabecular bone ontogeny in the human proximal femur // *Journal of Human Evolution*. 2006. Vol. 51. № 6. P. 591–602.
- Аврунин А.С., Докторов А.А. Биологически целесообразные пути профилактики и лечения потери костной массы // *Травматология и ортопедия России*. 2015. № 4. С. 131–143.
- Якимов Л.А., Слияков Л.Ю., Бобров Д.С., Калинин Е.Б., Ляхов Е.В. Биодegradуемые импланты. Становление и развитие. Преимущества и недостатки // *Кафедра травматологии и ортопедии*. 2017. № 1. С. 44–49.
- Сидоров С.В. Эластично-стабильный остеосинтез в лечении переломов бедренной кости у детей младшего возраста // *Детская хирургия*. 2012. № 4. С. 19–20.
- Мищенко О.Н., Копчак А.В., Кришук Н.Г., Скиба И.А., Черногорский Д.М. Имитационное компьютерное моделирование напряженно-деформированного состояния систем «кость-имплантат» при применении

имплантатов из циркониевых сплавов // Современная стоматология. 2017. № 2. С. 62–68.

REFERENCES

- Damm N.B., Morlock M.M., Bishop N.E. Influence of trabecular bone quality and implantation direction on press-fit mechanics. *Journal of Orthopaedic Research*, 2017, vol. 35, no. 2, pp. 224–233.
- De Bakker C.M.J., Tseng W.J., Li Y., Zhao H., Liu X.S. Clinical Evaluation of Bone Strength and Fracture Risk. *Current Osteoporosis Reports*, 2017, vol. 15, no. 1, pp. 32–42.
- Georgiou L., Kivell T.L., Pahr D.H., Skinner M.M. Trabecular bone patterning in the hominoid distal femur. *PeerJ*, 2018, no. 7, pp. 5156.
- Chang G., Boone S., Martel D., Rajapakse C.S., Hallyburton R.S., Valko M., Honig S., Regatte R.R. MRI assessment of bone structure and microarchitecture. *Journal of Magnetic Resonance Imaging*, 2017, vol. 46, no. 2, pp. 323–337.
- Rudäng R., Darelid A., Nilsson M., Mellström D., Ohlsson C., Lorentzon M. X-ray-verified fractures are associated with finite element analysis-derived bone strength and trabecular microstructure in young adult men. *Journal of Bone and Mineral Research*, 2013, vol. 28, no. 11, pp. 2305–2316.
- De Bakker C.M., Li Y., Zhao H., Leavitt L., Tseng W.J., Lin T., Tong W., Qin L., Liu X.S. Structural Adaptations in the Rat Tibia Bone Induced by Pregnancy and Lactation Confer Protective Effects Against Future Estrogen Deficiency. *Journal of Bone and Mineral Research*, 2018, vol. 33, no. 12, pp. 2165–2176.
- De Bakker C.M.J., Tseng W.J., Li Y., Zhao H., Altman-Singles A.R., Jeong Y., Robberts J., Han L., Kim D.G., Sherry Liu X. Reproduction Differentially Affects Trabecular Bone Depending on Its Mechanical Versus Metabolic Role. *Journal of Biomechanical Engineering*, 2017, vol. 139, no. 11, p. 111006.
- De Bakker C.M., Altman-Singles A.R., Li Y., Tseng W.J., Li C., Liu X.S. Adaptations in the Microarchitecture and Load Distribution of Maternal Cortical and Trabecular Bone in Response to Multiple Reproductive Cycles in Rats. *Journal of Bone and Mineral Research*, 2017, vol. 32, no. 5, pp. 1014–1026.
- Edd S.N., Omoumi P., Andriacchi T.P., Jolles B.M., Favre J. Modeling knee osteoarthritis pathophysiology using an integrated joint system (IJS): a systematic review of relationships among cartilage thickness, gait mechanics, and subchondral bone mineral density. *Osteoarthritis and Cartilage*, 2018, vol. 26, no. 11, pp. 1425–1437.
- Hammond M.A., Wallace J.M., Allen M.R., Siegmund T. Mechanics of linear microcracking in trabecular bone. *Journal of Biomechanics*, 2019, vol. 83, pp. 34–42.
- Bakalova L.P., Andreasen C.M., Thomsen J.S., Brüel A., Hauge E.M., Kiil B.J., Delaisse J.M., Andersen T.L., Kersh M.E. Intracortical Bone Mechanics Are Related to Pore Morphology and Remodeling in Human Bone. *Journal of Bone and Mineral Research*, 2018, vol. 33, no. 12, pp. 2177–2185.
- Currey J. *The mechanical adaptations of bones*. New Jersey, Princeton University Press, 1984. 306 p.
- Milovanovic P., Djonic D., Hahn M., Amling M., Busse B., Djuric M. Region-dependent patterns of trabecular bone growth in the human proximal femur: A study of 3D bone microarchitecture from early postnatal to late childhood period. *American Journal of Physical Anthropology*, 2017, vol. 164, no. 2, pp. 281–291.
- Cui W.Q., Won Y.Y., Baek M.H., Lee D.H., Chung Y.S., Hur J.H., Ma Y.Z. Age- and region-dependent changes in three-dimensional microstructural properties of proximal femoral trabeculae. *Osteoporosis International*, 2008, vol. 19, no. 11, pp. 1579–1587.
- Hsu P.Y., Tsai M.T., Wang S.P., Chen Y.J., Wu J., Hsu J.T. Cortical Bone Morphological and Trabecular Bone Microarchitectural Changes in the Mandible and Femoral Neck of Ovariectomized Rats. *PLoS ONE*, 2016, vol. 11, no. 4, pp. 0154367.
- Ryan T.M., Krovitz G.E. Trabecular bone ontogeny in the human proximal femur. *Journal of Human Evolution*, 2006, vol. 51, no. 6, pp. 591–602.
- Avrunin A.S., Doktorov A.A. Biologically rational ways of bone loss prophylaxis and treatment. *Travmatologiya i ortopediya Rossii*, 2015, no. 4, pp. 131–143.
- Yakimov L.A., Slinyakov L.Yu., Bobrov D.S., Kalinskiy E.B., Lyakhov E.V. Biodegradable implants. Formation and development. Advantages and drawbacks (Review of literature). *Kafedra travmatologii i ortopedii*, 2017, no. 1, pp. 44–49.
- Sidorov S.V. Elastic stable femoral osteosynthesis in young children. *Detskaya khirurgiya*, 2012, no. 4, pp. 19–20.
- Mishchenko O.N., Kopchak A.V., Krishchuk N.G., Skiba I.A., Chernogorky D.M. Computer simulation of the stress-strain state of the “bone-implant” system when the implants made from zirconium alloys. *Sovremennaya stomatologiya*, 2017, no. 2, pp. 62–68.

THE ELASTOPLASTIC PROPERTIES OF THE TRABECULAR BONE TISSUE

© 2019

G.P. Panfilov, graduate student of Chair “Physics of Condensed Matter and Nanosized Systems”
Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg (Russia)

M.V. Gilev, PhD (Medicine), Associate Professor,
assistant professor of Chair “Operative Surgery and Topographic Anatomy”,
Head of laboratory “Medical Materials Science and Bioceramics”

Ural State Medical University, Yekaterinburg (Russia)
Institute of High Temperature Electrochemistry
of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)

M.Yu. Izmodenova, student of Pediatrics Faculty

Ural State Medical University, Yekaterinburg (Russia)

D.V. Zaytsev, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics),
assistant professor of Chair “Physics of Condensed Matter and Nanosized Systems”,
leading researcher of laboratory “Medical Materials Science and Bioceramics”

Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg (Russia)
Institute of High Temperature Electrochemistry
of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg (Russia)

Keywords: trabecular bone tissue; deformation behavior; uniaxial compression; nonreversible deformation.

Abstract: The trabecular bone tissue is a natural composite material with the developed hierarchical structure. The detailed study of its mechanical properties is important both for understanding the mechanism of injury production and for developing the optimal designs for osteosynthesis, prosthetics, and replacement of bone defects. The study of mechanical behavior of the trabecular bone under the cyclic loading is fundamental for the formation of current approaches to the prevention, as well as to the conservative and surgical treatment of fractures, as the bone tissue has different strength in different parts of the skeleton.

The authors studied the uniaxial compression deformation behavior using five cylindrical specimens made from fragments of the trabecular bone tissue of lateral condyle of the tibia. The ratios of elastic and nonreversible deformations in the trabecular bone tissue of the subchondral area of the tibia under the uniaxial compression were investigated depending on the magnitude of the applied load and the total deformation. The authors carried out phased loading with the step of 0.5 % to 10 % of deformation and then with the step of 1 % to 15 % of deformation. The study showed that the trabecular bone is deformable both elastically and plastically. The elastic properties of bone tissue slightly decrease only with the appearance of macroscopic cracks in the sample. Thanks to the high porosity (30–90 %) and organic components, the trabecular bone is significantly deformable. The deformation of less than ~3 % is elastic and, therefore, does not lead to nonreversible changes in the trabecular bone tissue. With deformations exceeding 3 %, the nonreversible changes in the microstructure causing a depressed fracture of the limb bones take place in the bone tissue.

О ПЛАВЛЕНИИ АЛЮМИНИЕВОГО ЭЛЕКТРОДА АРГОНОВОЙ ДУГОЙ ПРЯМОЙ ПОЛЯРНОСТИ

© 2019

В.П. Сидоров, доктор технических наук, профессор,

профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы»

Д.Э. Советкин, преподаватель кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы»**Н.А. Борисов**, студент*Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)*

Ключевые слова: сварочная дуга; плавящийся электрод; алюминий; прямая полярность; стабильность расплавления; сварка в защитных газах.

Аннотация: Проанализирована информация о соотношении скоростей плавления электродной проволоки на прямой и обратной полярностях сварочной дуги в CO_2 . При равных токах скорость плавления на прямой полярности дуги примерно в 2 раза превышает скорость плавления на обратной полярности. Причиной отказа от использования прямой полярности дуги при сварке в защитных газах является низкая стабильность скорости расплавления электродной проволоки. Она вызвана интенсивными перемещениями катодного пятна дуги вследствие изменения эмиссионных свойств поверхности электрода. Предложена методика расчета мощности дуги, передаваемой в плавящийся алюминиевый электрод на разных полярностях. Расчетная удельная мощность (на 1 А тока) значительно больше для электрода-катода и повышается с ростом тока более интенсивно, чем для анода. Экспериментально определена скорость расплавления алюминиевой электродной проволоки диаметром 1,2 мм при прямой полярности дуги в аргоне. Она выше, чем при обратной полярности, также примерно в 2 раза. В пределах токов 80–180 А на прямой полярности дуги не обнаружено значимой зависимости коэффициента расплавления алюминиевой проволоки диаметром 1,2 мм от тока дуги. Расчетная методика обеспечивает удовлетворительную сходимость расчетных и опытных данных по соотношению скоростей плавления электрода на разных полярностях. Полученные формулы позволяют оценивать и эффективную мощность дуги в аргоне для алюминиевых изделий. Дальнейшие исследования планируется направить на определение условий стабильной скорости расплавления электродной проволоки на прямой полярности дуги в защитных газах. Это особенно необходимо при сварке деталей большой толщины для более производительного заполнения разделки кромок.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что при дуговой сварке преимущественно используется обратная полярность дуги или дуга переменного тока. При ручной сварке на прямой полярности применяют специальные покрытые электроды [1]. В нормах на строительство трубопроводов ВСН 006-89 рекомендуют сварку под флюсом на прямой полярности только при токах свыше 500 А. В этом случае обеспечивается более высокая производительность расплавления, эквивалентная увеличению тока на 100 А на обратной полярности, для которой характерно более высокое проплавление основного металла [2]. Такие соотношения имеют место несмотря на то, что эффективная мощность дуги при использовании близких по составу электродов и основного металла не зависит от полярности [3]. В работе [2] более низкая проплавляющая способность дуги под флюсом прямой полярности объясняется большей толщиной жидкой прослойки в сварочной ванне в связи с более высокой скоростью расплавления электродной проволоки. В работе [4] показано,

что скорость расплавления покрытого электрода может быть больше на любой из полярностей в зависимости от марки электрода, его диаметра и тока дуги.

В ряде случаев, например при сварке корневого слоя шва, более высокая проплавляющая способность дуги обратной полярности является нежелательной, так как повышается доля участия основного металла в шве и снижается содержание в нем легирующих элементов. Основной причиной малого объема использования прямой полярности дуги при сварке считается пространственная неустойчивость положения катодного пятна на электроде, приводящая к нестабильности скорости его плавления [5; 6].

В работе [3] приведены данные по скоростям расплавления стальной электродной проволоки при сварке в CO_2 на обратной и прямой полярности и по коэффициенту расплавления α_p (таблица 1).

При равных токах обратной и прямой полярностей скорость расплавления стального электрода V_3 и его коэффициент расплавления α_p на прямой полярности

Таблица 1. Соотношение скоростей расплавления стального электрода

Полярность	V_3 , см/с	Ток, А	α_p , г/(А·ч)	H , Дж/г
Обратная	5,0	340	13,0	2167
Прямая	8,5	340	22,1	2011
Прямая	5,0	215	20,6	1927

Примечание. Проволока Св-08Г2С, $d=2$ мм, вылет 15,4 мм.

в 1,7 раза выше. Одинаковые скорости расплавления достигаются, если ток дуги прямой полярности уменьшить до $I=215$ А. Эффективное падение напряжения мощности в электрод при сварке током обратной полярности $U_{ЭА}=6,95$ Вт/А, для прямой полярности аналогичный показатель составляет $U_{ЭК}=10,5$ Вт/А. Сюда входит и мощность от нагрева электрода в вылете. Отношение эффективных приэлектродных напряжений мощностей $U_{ЭК}/U_{ЭА}=1,51$, что несколько меньше отношения скоростей плавления, равного 1,7. Разница объясняется различным теплосодержанием каплей электродного металла.

Эффективные приэлектродные падения напряжения [3] (без учета нагрева вылета) целесообразнее называть удельной эффективной мощностью q_y , а их размерность выражать в Вт/А. В таком случае точнее отражается их физический смысл. Это полезная мощность, направляемая в электрод или изделие на 1 А тока дуги. Рассматриваемая величина q_y обладает меньшей зависимостью от параметров дуги, чем более часто используемый эффективный КПД $\eta_{и}$, и может использоваться для расчета режимов сварки.

Плавление электродной проволоки удобно анализировать с помощью коэффициента расплавления α_p (г/А·с), представленного в виде

$$\alpha_p = \frac{V_{Э} \cdot \rho}{j} = \frac{(q_y + q_B)}{\Delta H}, \quad (1)$$

где ρ – плотность проволоки, г/см³, для алюминия $\rho=2,7$ г/см³;

j – плотность тока на электродной проволоке, А/см²;

q_y – мощность от действия приэлектродной области дуги, Вт/А;

q_B – удельная мощность от подогрева вылета электрода, Вт/А;

ΔH – приращение энтальпии проволоки по отношению к начальной энтальпии, Дж/г.

В левой части выражения (1) расположены легко измеряемые параметры, а в правой те параметры, которые можно измерить только с помощью специальных экспериментов. Поэтому по изменению левой части (1) можно судить о комплексном изменении отношения выделяемой в электрод мощности и теплосодержания каплей электродного металла. Если приращение скорости расплавления опережает приращение плотности тока, то это означает, что правая часть возрастает и энергия дуги расходуется более эффективно.

Литературные данные по скорости расплавления электродной алюминиевой проволоки на прямой полярности дуги в аргоне найти не удалось, по-видимому, из-за затруднений при применении этого вида дуги на практике [7]. При сварке алюминия в аргоне дополнительным препятствием к получению таких данных является отсутствие катодного разрушения окисной пленки алюминия.

Мощность, выделяемая на прямой полярности в дуге с неплавящимся вольфрамовым электродом, достаточно подробно исследована в [8; 9], однако физические процессы на плавящемся и неплавящемся катодах сильно отличаются, что не позволяет переносить результаты, полученные для вольфрамовых катодов, на плавящиеся катоды.

Из приведенного анализа следует, что дуга прямой полярности в аргоне на алюминии исследована недостаточно.

Цель работы – оценка перспектив повышения производительности расплавления за счет применения дуги в защитных газах прямой полярности.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Из теории электрической сварочной дуги известно, что удельные эффективные мощности приэлектродных областей свободной дуги можно приближенно определить по формулам:

$$q_{УП} \approx (U_A + U_B); \quad q_{ОП} \approx (U_K + U_B), \quad (2)$$

где U_A и U_K – анодное и катодное падение напряжения дуги у изделия соответственно, В;

U_B – напряжение, численно эквивалентное работе выхода электрона из материала изделия. Для алюминия $U_B=3,74$ В [3].

На основе анализа данных по напряжениям дуг на алюминиевых сплавах ранее были получены выражения для U_A и U_K свободной дуги в аргоне на алюминии в зависимости от тока дуги I [10]:

$$U_A = 1,12 + 1,15 \cdot 10^{-2} I, \quad (3)$$

$$U_K = 11,68 + 2,38 \cdot 10^{-2} I. \quad (4)$$

С учетом U_B из (2) и формул (3) и (4) получаем выражения для удельных приэлектродных мощностей прямой $q_{УП}$ и обратной полярностей $q_{УО}$ в аргоне на алюминиевой электродной проволоке:

$$q_{УО} = 4,86 + 1,15 \cdot 10^{-2} I, \quad (5)$$

$$q_{УП} = 7,94 + 2,38 \cdot 10^{-2} I. \quad (6)$$

Согласно (5) и (6) удельная мощность в алюминиевом электроде дуги прямой полярности существенно больше и интенсивнее растет с увеличением тока дуги, поэтому разница в удельных мощностях возрастает с ростом тока. Это означает, что алюминиевый катод будет плавиться значительно интенсивнее, чем алюминиевый анод.

Для алюминиевого изделия формулы (5) и (6) будут также справедливы, что означает, что проплавляющее воздействие на основной металл выше на обратной полярности дуги. При расчете мощности в изделие $q_{УО}$ и $q_{УП}$ нужно поменять местами.

Формулы (5) и (6) проверяли экспериментально, путем сравнения скоростей плавления алюминиевой сварочной электродной проволоки на обратной и прямой полярностях дуги. Наплавку проволокой марки А1 99,7 по EN 18273 S фирмы FIDAT (Италия) диаметром 1,2 мм проводили на сварочной установке FastMigMXF 65 (фирма Кемпи), включающей источник питания постоянного тока и полуавтомат. Наплавка производилась на пластины из сплава АМц толщиной 6 мм. Расход аргона оставался постоянным и составлял 8 л/мин. Настройка режимов наплавки на установке осуществляется

следующим образом: задаются напряжение дуги 22 В и скорость подачи электродной проволоки; установка автоматически подбирает необходимый сварочный ток и поддерживает постоянной заданную скорость подачи электродной проволоки.

Номинальный режим при наплавке на обратной полярности составил $U=22$ В, $V_3=13,33$ см/с, $I=168$ А. Плотность тока на электрод составила 14862 А/см². Коэффициент расплавления α_p в г/(А·с) при механизированной сварке рассчитывали по формуле (1). Получили расчетное $\alpha_{p0}=8,72$ г/(А·с).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

При сварке на прямой полярности энтальпия капель, по данным [11], в большинстве случаев существенно меньше, чем энтальпия при сварке на обратной полярности. Это объясняется возможной разницей в распределении теплоты дуги между электродами, а также положением опорного пятна дуги на электроде. На обратной полярности это пятно устойчиво расположено внизу капли, а на прямой – перемещается на ее поверхности, переходя частично на поверхность твердого металла. Это облегчает теплопередачу и уменьшает перегрев.

В работе [12] проанализированы совместно данные о скоростях расплавления алюминиевой проволоки диаметром 1,6 мм и ее энтальпии при обратной полярности дуги (таблица 2). В таблице 2 приведены значения q_{y0} , рассчитанные по формуле (5).

Следует отметить, что при увеличении тока в 2 раза скорость плавления электрода увеличилась более интенсивно – в 2,27 раза, несмотря на увеличение энтальпии капель в 1,24 раза. Это стало возможно благодаря опережающему росту удельной эффективной мощности в 1,41 раза.

Учитывая, что информации об энтальпии капель мало и она имеет не очень высокую точность, следует признать удовлетворительную сходимость опытных и расчетных данных q_{y0} . Опыты на алюминиевой проволоке обладают тем преимуществом, что в них мало сказывается влияние вылета из-за малого удельного

сопротивления алюминия. Отношение приращения q_{y0} к росту тока для опытных данных составляет 1,36, а для расчетных – 1,19.

Алюминиевая электродная проволока, несмотря на низкую температуру плавления, имеет значительно более высокие значения удельной энтальпии капель (на 1 г) по сравнению со стальной. При передаче мощности от дуги электроду сказывается как более высокая теплопроводность алюминия, так и его низкая температура плавления и плотность. В комплексе получается, что происходит большее поглощение энергии алюминиевой проволокой. В связи с этим коэффициент расплавления алюминиевой проволоки меньше, чем стальной (таблица 3). Поэтому представляло бы интерес сравнение тепловых процессов передачи мощности на образование капли на стальной и алюминиевой проволоках для обратной полярности по методикам [13], так как удельная эффективная мощность в электрод-анод примерно одинакова [3].

Заполнение разделки кромок при сварке в объемном отношении для алюминиевой проволоки эффективнее, чем для стальной, однако затраты энергии значительно больше. По-видимому, подобное соотношение сохранится и в случае использования прямой полярности дуги.

Следует также отметить, что исследования неплавящегося водоохлаждаемого анода в плазматроне на обратной полярности [14] дали в диапазоне токов 100–250 А значение удельной эффективной мощности $q_{y0}=6,0$ Вт/А, что хорошо согласуется с результатами таблицы 2. Аналогичные результаты получены в [15]. Постоянство q_{y0} на охлаждаемом электроде плазматрона, вероятно всего, связано со значительной площадью торца электрода, что позволяет анодному пятну дуги свободно расширяться с увеличением тока. У плавящегося электрода происходит рост плотности тока, и с этим связано не только повышение удельной эффективной мощности, но и снижение энтальпии капель, происходящее, по-видимому, из-за перехода к более мелкокапельному переносу.

В работе [12] рассчитано теплосодержание капель при изменении диаметра стальной проволоки в 2 раза

Таблица 2. Расчет q_{y0} по данным об энтальпии алюминиевых капель и формуле (5)

I, А	H, Дж/см ³	V ₃ , см/с	J, А/мм ²	q _{y0} , Вт/А	
				Опыт	Расчет
100	6320	3,76	50	4,75	6,01
150	7220	6,00	75	5,78	6,59
200	7560	8,54	100	6,46	7,16

Таблица 3. Сравнение отношения $U_3/\Delta H$ для алюминиевой и стальной проволоки

I, А	V ₃ , см/с		U ₃ /ΔH, г/(А·с)	
	Al	Fe	Al	Fe
150	6,0	3,76	7,78	14,08
200	8,54	5,27	8,30	14,80

Примечание. Диаметр проволоки 1,6 мм.

Таблица 4. Коэффициенты расплавления проволоки на прямой полярности

Ток, А	179	198	106	164	82
$\alpha_{РП}$, г/(А·ч)	19,44	18,5	20,73	20,1	17,87

при сохранении плотности тока. Значение q_{YO} было принято постоянным с учетом нагрева проволоки в вылете: $q_{YO}=6,1$ Вт/А. При таких условиях энтальпия капля снижается примерно на 10 %, и вследствие этого наблюдается опережающий рост производительности расплавления с увеличением сечения проволоки.

При изменении обратной полярности дуги на прямую полярность на данной установке удалось получить несколько стабильных режимов наплавки при отсутствии катодного разрушения окисной пленки алюминия на детали. Исходные данные и результаты расчетов коэффициента расплавления $\alpha_{РП}$ приведены в таблице 4.

Статистическая обработка данных пяти опытов по двум критериям, приведенным в [16], установила, что разброс значений носит случайный характер и подчиняется закону нормального распределения. Одним из критериев являлось условие среднего абсолютного отклонения (САО), а вторым – условие для размаха варьирования R . Среднее значение по пяти опытам $\alpha_{РП}=19,33$ г/(А·ч), среднее относительное отклонение от него по абсолютной величине составило 4,84 %. Таким образом, данными опытами существенная зависимость коэффициента расплавления на прямой полярности $\alpha_{РП}$ от тока дуги не установлена.

В то же время сравнение среднего значения из таблицы 4 и значения, полученного для обратной полярности, показывает, что их отношение $\alpha_{РП}/\alpha_{РО}=19,33/8,72=2,22$.

Рассчитывали удельную эффективную мощность в электрод для электрода-анода по формуле (5) и получили $q_{YO}=6,79$ Вт/А.

Также рассчитывали удельную эффективную мощность в электрод для электрода-катода по $q_{YП}=11,94$ Вт/А. Отношение $q_{YП}/q_{YO}=11,94/6,79=1,76$. Это достаточно близко совпадает с отношением коэффициентов расплавления, учитывая, что, как отмечается в литературе, может отличаться теплосодержание капля анода и катода. Так, из таблицы 1 видно, что теплосодержание капля для стальной проволоки на прямой полярности ниже. При прочих равных условиях это способствует повышению скорости расплавления электрода на прямой полярности. Поэтому действительная разница отношений коэффициентов расплавления и $q_{YП}/q_{YO}$ меньше. Точность оценки мощностей в алюминиевые анод и катод с помощью формул (4) и (5) можно оценить в ± 10 %.

Использование преимуществ дуги прямой полярности возможно при использовании дуги с разнополярными импульсами тока (РПИ) [17; 18] с частотой импульсов 50–150 Гц, которая достаточно широко используется для сварки алюминиевых сплавов свободной дугой неплавящимся электродом. Внешняя вольт-амперная характеристика таких источников «штыковая» [19]. Современные источники питания с РПИ обеспечивают регулирование сварочного тока значениями как его амплитуды, так и длительности полярностей. За счет изменения соотношения средних токов прямой

и обратной полярности можно регулировать проплавляющую и наплавляющую способности дуги с РПИ [3]. Можно предположить, что нестационарность катодного пятна сварочной дуги на стержневом электроде позволит снизить его блуждание по торцу и стабилизировать скорость его расплавления. Однако для этого необходимо создание источников РПИ с жесткой вольт-амперной характеристикой [20].

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Разработана методика оценки удельных эффективных мощностей от приэлектродных областей дуги в алюминиевую электродную проволоку. Соотношение скоростей расплавления электродной проволоки на прямой и обратной полярностях и соотношение расчетных эффективных приэлектродных мощностей совпадают удовлетворительно. Эта же методика может использоваться и для расчета эффективной мощности в изделии.

2. Энтальпия 1 г алюминиевой проволоки на обратной полярности в 1,8–1,9 раза больше, чем стальной, а объемные скорости расплавления в $\text{см}^3/\text{с}$ в 1,6 раза выше.

3. Установлено, что скорость плавления алюминиевой электродной проволоки $d=1,2$ мм в аргоновой дуге на прямой полярности более чем в 2 раза превышает скорость плавления на обратной полярности.

4. Наиболее перспективным направлением использования преимуществ прямой полярности дуги в защитных газах представляется использование источников питания с разнополярными импульсами тока (РПИ).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Лозовой В.Г., Дзюба О.В., Дзюба В.М., Штоколов С.А., Курланов С.А. К вопросу о сварке на прямой полярности // Сварка и диагностика. 2014. № 6. С. 55–59.
2. Коберник Н.В., Чернышов Г.Г., Гвоздев П.П., Линник А.А. Влияние рода и полярности тока на плавление электродного и основного металла при сварке под флюсом // Сварка и диагностика. 2011. № 5. С. 24–27.
3. Ленивкин В.А., Дюргеров Н.В., Сагиров Х.И. Технологические свойства сварочной дуги в защитных газах. М.: НАКС, 2011. 367 с.
4. Сидоров В.П., Абрамова С.В. Зависимость времени расплавления покрытых электродов от тока дуги // Сварочное производство. 2018. № 10. С. 14–18.
5. Киселев А.С., Гордынец А.С. Влияние параметров режима на пространственную устойчивость дуги при сварке алюминиевых сплавов неплавящимся электродом в среде аргона // Вестник науки Сибири. 2013. № 4. С. 61–66.
6. Ленивкин В.А., Дюргеров Н.Г., Морозкин И.С., Паршин С.Г. Пространственная устойчивость сварочной дуги // Сварка и диагностика. 2016. № 1. С. 16–21.
7. Березовский Б.М. Математические модели дуговой сварки. Т. 3. Челябинск: Изд-во ЮрГУ, 2003. 485 с.

8. Savinov A.V., Polesskiy O.A., Lapin I.E., Lysak V.I., Krasikov P.P., Chudin A.A. Electrophysical characteristics of arc and formation of welded joints for welding with a non-consumable electrode // *Journal of Materials Processing Technology*. 2017. Vol. 239. P. 195–201. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2016.08.021.
9. Savinov A.V., Lapin I.E., Polesskiy O.A., Lysak V.I., Krasikov P.P. Thermal and force effects of the arc on the weld pool in non-consumable electrode (TIG) welding in inert gas mixtures // *Welding International*. 2016. Vol. 30. № 12. P. 941–944. DOI: 10.1080/09507116.2016.1157332.
10. Сидоров В.П. Методика оценки приэлектродных падений напряжения на дуге, горящей в аргоне между вольфрамом и алюминием // *Автоматическая сварка*. 1991. № 6. С. 36–37.
11. Походня И.К., Суттель А.М. Теплосодержание капель электродного металла при сварке в углекислом газе // *Автоматическая сварка*. 1970. № 10. С. 5–8.
12. Сидоров В.П. Расчеты параметров сварки плавлением. Тольятти: Изд-во ТГУ, 2017. 286 с.
13. Кархин В.А. Тепловые процессы при сварке. СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2015. 572 с.
14. Быховский Д.Г., Беляев В.М. Энергетические характеристики плазменной дуги при сварке на обратной полярности // *Автоматическая сварка*. 1971. № 5. С. 27–30.
15. Щицын Ю.Д., Косолапов О.А., Струков Н.Н. Распределение энергии в сжатой дуге при работе плазмотрона на токе обратной полярности // *Сварка и диагностика*. 2010. № 3. С. 13–16.
16. Захаров Ю.В. Математическое моделирование технологических систем. Йошкар-Ола: ПГТУ, 2015. 84 с.
17. Гринюк А.А., Коржик В.Н., Шевченко В.Е., Бабич А.А., Пелешенко С.И., Чайка В.Г., Тищенко А.Ф., Ковбасенко Г.В. Основные тенденции развития плазменно-дуговой сварки алюминиевых сплавов // *Автоматическая сварка*. 2015. № 11. С. 39–50.
18. Савинов А.В., Полесский О.А., Лапин И.Е., Лысак В.И., Чудин А.А., Красиков П.П. Проплаивающая способность дуги переменного тока с прямоугольной формой импульсов // *Известия Волгоградского государственного технического университета*. 2016. № 2. С. 135–141.
19. Сидоров В.П., Советкин Д.Э. Расплавление точек на алюминии сжатой дугой с разнополярными импульсами тока // *Химия. Экология. Урбанистика: Материалы Всерос. науч.-практ. конф. Т. 2. Пермь: Изд-во ПНИПУ, 2019. С. 545–549.*
20. Милютин В.С., Шалимов М.П., Шанчуров С.М. Источники питания для сварки. М.: Айрис-пресс, 2007. 384 с.
3. Lenivkin V.A., Dyurgerov N.V., Sagirov Kh.I. *Tekhnologicheskie svoystva svarochnoy dugi v zashchitnykh gazakh* [Technological properties of the arc in shielding gases]. Moscow, NAKS Publ., 2011. 367 p.
4. Sidorov V.P., Abramova S.V. Dependence of the melting time of coated electrodes from arc current. *Svarochnoe proizvodstvo*, 2018, no. 10, pp. 14–18.
5. Kiselev A.S., Gordynets A.S. The effect of the parameters of the regime on the spatial stability of the arc during argon tungsten-arc welding of aluminum alloys. *Vestnik nauki Sibiri*, 2013, no. 4, pp. 61–66.
6. Lenivkin V.A., Dyurgerov N.G., Morozkin I.S., Parshin S.G. Spatial stability of the welding arc. *Svarka i diagnostika*, 2016, no. 1, pp. 16–21.
7. Berezovsky B.M. *Matematicheskie modeli dugovoy svarki* [Mathematical models of arc welding]. Chelyabinsk, YurGU Publ., 2003. Vol. 3, 485 p.
8. Savinov A.V., Polesskiy O.A., Lapin I.E., Lysak V.I., Krasikov P.P., Chudin A.A. Electrophysical characteristics of arc and formation of welded joints for welding with a non-consumable electrode. *Journal of Materials Processing Technology*, 2017, vol. 239, pp. 195–201. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2016.08.021.
9. Savinov A.V., Lapin I.E., Polesskiy O.A., Lysak V.I., Krasikov P.P. Thermal and force effects of the arc on the weld pool in non-consumable electrode (TIG) welding in inert gas mixtures. *Welding International*, 2016, vol. 30, no. 12, pp. 941–944. DOI: 10.1080/09507116.2016.1157332.
10. Sidorov V.P. A technique for evaluating near-electrode voltage drops on an arc burning in argon between tungsten and aluminum. *Avtomaticheskaya svarka*, 1991, no. 6, pp. 36–37.
11. Pokhodnya I.K., Suttel A.M. The enthalpy of the droplets of the electrode metal when welding in carbon dioxide. *Avtomaticheskaya svarka*, 1970, no. 10, pp. 5–8.
12. Sidorov V.P. *Raschety parametrov svarki plavlaniem* [Calculations of fusion welding parameters]. Togliatti, TGU Publ., 2017. 286 p.
13. Karkhin V.A. *Teplovye protsessy pri svarke* [Thermal processes during welding]. Saint Peterburg, Politekhn. un-t Publ., 2015. 572 p.
14. Bykhovskiy D.G., Belyaev V.M. Energy characteristics of a plasma arc during welding at reverse polarity. *Avtomaticheskaya svarka*, 1971, no. 5, pp. 27–30.
15. Shchitsyn Yu.D., Kosolapov O.A., Strukov N.N. Energy distribution in a compressed arc when the plasma torch operates on a current of reverse polarity. *Svarka i diagnostika*, 2010, no. 3, pp. 13–16.
16. Zakharov Yu.V. *Matematicheskoe modelirovanie tekhnologicheskikh sistem* [Mathematical modeling of technological systems]. Yoshkar-Ola, PGTU Publ., 2015. 84 p.
17. Grinyuk A.A., Korzhik V.N., Shevchenko V.E., Babich A.A., Peleshenko S.I., Chayka V.G., Tishchenko A.F., Kovbasenko G.V. Development trends of plasma-arc welding of aluminum alloys. *Avtomaticheskaya svarka*, 2015, no. 11, pp. 39–50.
18. Savinov A.V., Polesskiy O.A., Lapin I.E., Lysak V.I., Chudin A.A., Krasikov P.P. Penetrating power of alternating current arc with a rectangular pulse shape. *Izvestiya Volgogradskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2016, no. 2, pp. 135–141.

REFERENCES

1. Lozovoy V.G., Dzyuba O.V., Dzyuba V.M., Shtokolov S.A., Kurlanov S.A. To the question of welding on direct polarity. *Svarka i diagnostika*, 2014, no. 6, pp. 55–59.
2. Kobernik N.V., Chernyshov G.G., Gvozdev P.P., Linnik A.A. Influence of the type and polarity of the current on the penetration of the electrode and base metal for arc welding under flux and al. *Svarka i diagnostika*, 2011, no. 5, pp. 24–27.

19. Sidorov V.P., Sovetkin D.E. Melting points on aluminum by a compressed arc with bipolar current pulses. *Materialy Vseros. nauchno-prakt. konf. "Khimiya. Ekologiya. Urbanistika"*. Perm, PNIPU Publ., 2019. Vol. 2, pp. 545–549.
20. Milyutin V.S., Shalimov M.P., Shanchurov S.M. *Istochniki pitaniya dlya svarki* [Power sources for welding]. Moscow, Ayris-press Publ., 2007. 384 p.

**CONCERNING THE MELTING OF AN ALUMINIUM ELECTRODE
BY THE ARGON ARC OF STRAIGHT POLARITY**

© 2019

V.P. Sidorov, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
professor of Chair “Welding, Material Pressure Processing and Allied Processes”
D.E. Sovetkin, lecturer of Chair “Welding, Material Pressure Processing and Allied Processes”
N.A. Borisov, student
Togliatti State University, Togliatti (Russia)

Keywords: welding arc; consumable electrode; aluminum; direct polarity; remelting stability, shielding gas welding.

Abstract: This paper gives the information analysis on the ratio of the melting rate of electrode wire on welding arcs of direct and reverse polarity in CO₂. At equal currents, the melting rate on direct polarity arc is about two times higher than the melting rate on reverse polarity arc. When welding in shielding gases, the reason to refuse the use of direct polarity arc is the low melting rate stability of the electrode wire. It is caused by the intense moving of arc cathode spot affected by the emissivity change of the electrode surface. Within the scope of this paper, the authors propose a calculation method for arc power transmitted to a consumable aluminum electrode on various polarities. The calculated specific power (per 1 A of the current) is significantly higher for electrode-cathode, and when step-up the current, the power increases more intensively than for anode. The experiment determined the melting rate of aluminum electrode wire of 1.2 mm diameter for direct polarity arc in argon. It is as well about two times higher than for reverse polarity. Within the limits of 80–180 A currents on the arc direct polarity, there was not defined any significant dependence between the melting ratio of aluminum wire and arc current. The calculation method ensures good convergence of designed and experimental data on the ratio of electrode melting rates on different polarities. The formulas obtained allowed evaluating the effective arc power in argon for aluminum products. Further researches are to be aimed at defining the stability conditions of the melting rate of electrode wire on direct polarity arc in shielding gases. It is especially necessary for welding of heavy thickness parts to reach more efficient filling of edge preparation.

ВЛИЯНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ПЛАЗМЕННОГО МОДИФИЦИРОВАНИЯ УГЛЕРОДОМ И АЗОТОМ НА УПРОЧНЕНИЕ И ШЕРОХОВАТОСТЬ ПОВЕРХНОСТИ АУСТЕНИТНОЙ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

© 2019

П.А. Скорынина, младший научный сотрудник

Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

А.В. Макаров, член-корреспондент РАН, доктор технических наук,

заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств

Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

Институт физики металлов имени М.Н. Михеева

Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

А.И. Меньшаков, кандидат технических наук, научный сотрудник

Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

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

Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

М.А. Чалина, аспирант

Институт физики металлов имени М.Н. Михеева

Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

Ключевые слова: аустенитная нержавеющая сталь; плазменная цементация; плазменное азотирование; низкоэнергетичный электронный пучок; микротвердость; шероховатость поверхности.

Аннотация: Низкотемпературная плазменная цементация и низкотемпературное плазменное азотирование являются эффективными методами упрочнения термически неупрочняемых аустенитных хромоникелевых сталей. Однако ионно-плазменные методы модифицирования поверхности могут приводить к росту параметра шероховатости. Ранее авторами было установлено, что уровень обеспечиваемой шероховатости поверхности в сильной степени зависит от температуры плазменной обработки. Актуальным направлением исследований является снижение температуры химико-термической обработки с целью обеспечения эффективного упрочнения и низкого уровня шероховатости поверхности аустенитной хромоникелевой стали.

В настоящей работе с применением рентгеноструктурного фазового анализа, измерений микротвердости при различных нагрузках и оптической профилометрии изучено влияние цементации и азотирования в плазме электронного пучка при температуре $T=350$ °С на формируемый фазовый состав, микротвердость и шероховатость поверхности аустенитной стали 04X17H8T. Установлено, что цементация и азотирование в плазме, генерируемой низкоэнергетичным электронным пучком, обеспечивает повышение микротвердости поверхности аустенитной стали в 5–6 раз (от 220 до 1100 HV 0,025 и 1390 HV 0,025 соответственно). Эффективное упрочнение поверхностного слоя аустенитной стали связано с формированием в результате низкотемпературного плазменного модифицирования пересыщенного углеродом аустенита γ_C и карбидов хрома $Cr_{23}C_6$ при цементации, а также S-фазы (пересыщенного азотом аустенита γ_N), ϵ -фазы ($Fe_{2,3}N$) и γ' -фазы (Fe_4N) при азотировании. Показано, что нержавеющая аустенитная сталь после цементации характеризуется большей глубиной упрочненного слоя, чем в случае плазменного азотирования. Низкотемпературные (при температуре $T=350$ °С) обработки в плазме электронного пучка цементацией и азотированием обеспечивают формирование качественной поверхности стали 04X17H8T с низкими значениями параметра шероховатости Ra (185–265 нм) и вследствие этого могут рассматриваться в качестве финишной операции при проведении поверхностного упрочнения аустенитной стали.

ВВЕДЕНИЕ

В мировой науке пристальное внимание уделяется таким методам модифицирования поверхности, как низкотемпературная плазменная цементация и низкотемпературное плазменное азотирование, которые приводят к эффективному улучшению механических характеристик и повышению износостойкости термически неупрочняемых аустенитных хромоникелевых сталей без потери их коррозионных свойств [1; 2]. Поскольку основным преимуществом таких плазменных обработок является возможность получения в структуре пересыщенного углеродом или азотом γ -твердого раствора, обладающего повышенной твердостью, без формирования карбидов и нитридов хрома [3; 4], снижающих коррозионную стойкость аустенитных сталей. Это становится возможным, если химическое модифицирование проводить при температурах ниже 500 °С.

Известно [2; 5; 6], что низкотемпературная (при температурах ≤ 500 °С) цементация приводит к формированию более глубокого упрочненного слоя (до 40 мкм) в сравнении с азотированием, толщина упрочненного слоя после проведения которого обычно составляет ~20 мкм [7]. Однако твердость поверхности цементованной стали ниже, чем азотированной. Например, плазменная цементация при 470 °С обеспечивает рост микротвердости поверхности стали AISI 316L до 900 HV 0,025 [2]. Тогда как плазменное азотирование стали AISI 304L может приводить к росту твердости на поверхности вплоть до 19 ГПА [1].

Обычно для плазменного модифицирования поверхности используют установки на основе тлеющего разряда [2; 6; 8]. Альтернативным способом генерации плазмы могут являться низкоэнергетичные электронные пучки. Применение такого метода позволяет эффективно

генерировать плазму высокой плотности 10^{10} – 10^{12} см⁻³ и нагревать помещаемые в плазму объекты до требуемой температуры без использования средств внешнего нагрева, что является значительным преимуществом. Однако необходимо учитывать, что ионно-плазменные обработки могут приводить к росту шероховатости поверхности обрабатываемого материала. Показано, что величина параметра шероховатости *Ra* после азотирования может превышать 0,7 мкм [9] и возрастает с увеличением температуры азотирования стали AISI 316L. Поэтому целесообразно рассмотреть возможность проведения плазменной цементации и азотирования при более низкой температуре (ниже 400°C) для обеспечения высокого качества обрабатываемой поверхности

Цель работы – исследование влияния цементации и азотирования в плазме электронного пучка при температуре $T=350$ °C на фазовый состав, микротвердость и шероховатость формируемой поверхности аустенитной стали 04X17H8T.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

Исследовали коррозионностойкую аустенитную сталь 04X17H8T состава в мас. %: 0,04 С; 16,77 Cr; 8,44 Ni; 1,15 Mn; 0,67 Si; 0,32 Ti; 0,31 Cu; 0,26 Mo; 0,12 Co; 0,12 V; 0,04 P; 0,03 Nb; 0,005 S. Образцы размером 40×25×10 мм вырезали из листовой стали методом электроискровой резки и подвергали закалке от 1100 °C с охлаждением в воде, механическому шлифованию и электролитическому полированию.

Цементацию и азотирование образцов проводили в плазме низкоэнергетичного электронного пучка. Методика плазменного модифицирования поверхности углеродом и азотом, а также схема лабораторной установки представлены в работах [10–12]. Цементацию осуществляли в аргоно-ацетиленовой ($Ar+C_2H_2$) плазме, а азотирование – в плазме смеси аргона и азота ($Ar+N_2$). Нагрев образцов до требуемой температуры (350 °C) достигался при заданном токе пучка (I_2), энергии электронов (U_2) и плотности тока ионов (J_i), поступающих на поверхность образцов (таблица 1). Выдержка образцов в установившемся режиме при цементации составила 6 ч, при азотировании – 4 ч.

Микротвердость измеряли по методу восстановленного отпечатка на приборе SHIMADZU HNV-G21DT при нагрузках на индентор Виккерса 0,25–4,90 Н. Фазовый состав образцов определяли на рентгеновском дифрактометре SHIMADZU XRD-7000 в $Cr\alpha$ -излучении. Шероховатость поверхности образцов изучали на оптическом профилометре Wyko NT-1100. Измерения проводили на участках размерами 0,9×1,2 мм и определяли среднеарифметическое отклонение профиля шероховатости *Ra*.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Согласно результатам рентгеноструктурного фазового анализа, представленным в таблице 2, после цементации при $T=350$ °C в поверхностном слое аустенитной стали 04X17H8T формируется пересыщенный углеродом аустенит γ_C и небольшое количество карбидов хрома $Cr_{23}C_6$. В структуре исследуемой стали, подвергнутой азотированию при $T=350$ °C, наряду с фазами ϵ ($Fe_{2,3}N$) и γ' (Fe_4N) формируется S-фаза – пересыщенный азотом аустенит γ_N . Нитридов хрома (CrN) в структуре стали не наблюдается, в отличие от стали, азотированной при более высокой температуре ($T=500$ °C) [13]. Формирование указанных фаз обуславливает повышение микротвердости поверхности исследуемой аустенитной стали с исходной микротвердостью 220 HV 0,025 в 5–6 раз (таблица 2). Азотирование приводит к большему росту микротвердости стали 04X17H8T (до 1390 HV 0,025) в сравнении с цементацией, которая обеспечивает формирование упрочненного поверхностного слоя аустенитной стали твердостью 1100 HV 0,025.

Однако если для плазменного азотирования известны результаты и более высокого упрочнения аустенитной хромоникелевой стали (15–19 ГПа) [1; 14], то достигнутый при цементации в плазме электронного пучка уровень микротвердости поверхности исследуемой стали превышает упрочнение, достигаемое при других видах плазменной цементации аустенитных сталей (700–950 HV) [2; 15; 16].

На рис. 1 представлена зависимость микротвердости цементованной и азотированной поверхностей исследуемой стали от глубины внедрения индентора Виккерса. Приведенные данные измерения микротвердости

Таблица 1. Режимы плазменного модифицирования поверхности стали 04X17H8T

Обработка	Время выдержки, ч	T , °C	I_2 , А	U_2 , В	J_i , мА/см ²
Цементация	6	350	2,9	200	3,4
Азотирование	4	350	2,5	120	2,0

Таблица 2. Фазовый состав, микротвердость HV 0,025 и параметр шероховатости *Ra* поверхности стали 04X17H8T после закалки, цементации и азотирования в плазме электронного пучка

Обработка	Фазовый состав	HV 0,025	<i>Ra</i> , нм
Закалка	γ	220	30-80
Цементация	γ_C , $Cr_{23}C_6$	1100	185
Азотирование	ϵ ($Fe_{2,3}N$), γ' (Fe_4N), S (γ_N)	1390	265

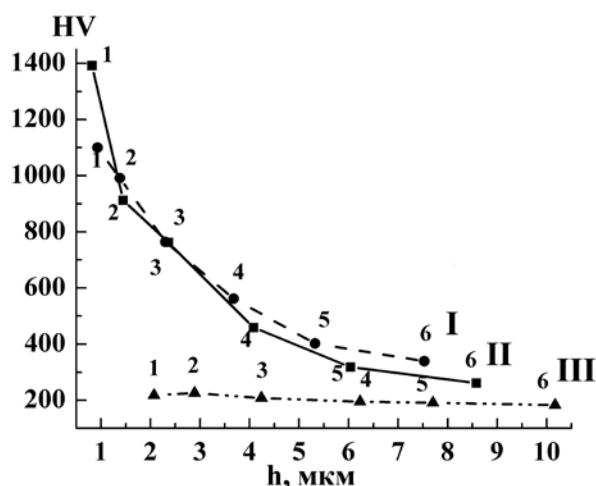


Рис. 1. Зависимости микротвердости HV поверхности стали 04X17H8T от глубины внедрения индентора Виккерса при нагрузках 0,25 Н (1), 0,49 Н (2), 0,98 Н (3), 1,96 Н (4), 2,94 Н (5) и 4,90 Н (6): I – цементация; II – азотирование; III – закалка

при разных нагрузках (от 0,25 Н до 4,90 Н) позволяют сопоставить уровни микротвердости в градиентных слоях, сформированных цементацией и азотированием. Рассматриваемые результаты характеризуют изменение микротвердости в тонком приповерхностном слое до 10 мкм (рис. 1).

Видно, что наиболее существенная разница в микротвердости аустенитной стали, подвергнутой азотированию и цементации, наблюдается при минимальной нагрузке на индентор 0,25 Н. С увеличением нагрузки на индентор разница в микротвердости модифицированных слоев становится менее заметной, однако преимущество в микротвердости у цементованного слоя (рис. 1, кривая I), по сравнению с азотированным слоем (рис. 1, кривая II), сохраняется и при измерениях с максимальной нагрузкой на индентор (4,90 Н). Следовательно, несмотря на максимальную микротвердость поверхности азотированной стали, снижение микротвердости по глубине азотированного слоя происходит более интенсивно (по более крутой траектории), чем у цементованного слоя. Это свидетельствует о большей глубине упрочненного слоя аустенитной стали в цементованном состоянии по сравнению с азотированным слоем после модификации углеродом и азотом в плазме электронного пучка, что согласуется с имеющимися литературными данными для цементации и азотирования в плазме тлеющего разряда [1].

Как показали исследования на поперечных шлифах и при послойном электролитическом удалении поверхностного слоя, в результате обработки в плазме тлеющего разряда при температуре $T=350^{\circ}\text{C}$ толщина упрочненного слоя существенно выше после науглероживания (25 мкм), чем после модифицирования азотом (до 10–12 мкм). Хром и углерод имеют более низкую энергию взаимодействия ($-0,107$ эВ), чем хром и азот ($-0,193$ эВ) [17; 18]. Следовательно, скорость диффузии атомов углерода в аустенитную матрицу выше, чем у атомов азота (при более низкой скорости насыщения). Это и приводит к наблюдаемому формированию более глубокого модифицированного слоя при цементации в плазме электронного пучка.

Методом оптической профилометрии установлено (таблица 2, рис. 2), что плазменные обработки приводят к росту параметра шероховатости Ra поверхности аустенитной стали 04X17H8T, имеющей исходную шероховатость в электрополированном состоянии $Ra=30$ нм (перед цементацией) и $Ra=80$ нм (перед азотированием). Значение среднеарифметического отклонения профиля шероховатости Ra возрастают до 185 нм в результате цементации и до 265 нм в результате азотирования при температуре плазменной обработки $T=350^{\circ}\text{C}$. Отмеченный большой уровень шероховатости при азотировании наблюдается и при более высоких температурах обработок в плазме тлеющего разряда ($T=400$ – 500°C) [11; 12]. Повышенные температуры плазменного азотирования и цементации могут приводить к существенному росту шероховатости обрабатываемой поверхности. В частности, в результате модифицирования при $T=450^{\circ}\text{C}$ шероховатость поверхности аустенитной стали возрастает после азотирования до 2230 нм [11], а после цементации – до 1060 нм [12].

Таким образом, и цементация, и азотирование в плазме электронного пучка при $T=350^{\circ}\text{C}$ обеспечивают формирование качественной поверхности с низкими значениями параметра шероховатости Ra (рис. 2) и, следовательно, могут использоваться в качестве эффективных упрочняющих финишных обработок аустенитной стали (таблица 2). Кроме того, перспективным может оказаться проведение деформационного наноструктурирования поверхностного слоя перед цементацией и азотированием при $T=350^{\circ}\text{C}$, что может повысить скорость диффузии углерода и азота в объем модифицируемого материала и тем самым привести к увеличению глубины упрочненного слоя [13; 19; 20]. Это будет являться направлением дальнейших исследований.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Установлено, что эффективное упрочнение поверхности аустенитной стали 04X17H8T, достигнутое в результате цементации в плазме электронного пучка при температуре $T=350^{\circ}\text{C}$ (до 1100 HV 0,025), обусловлено

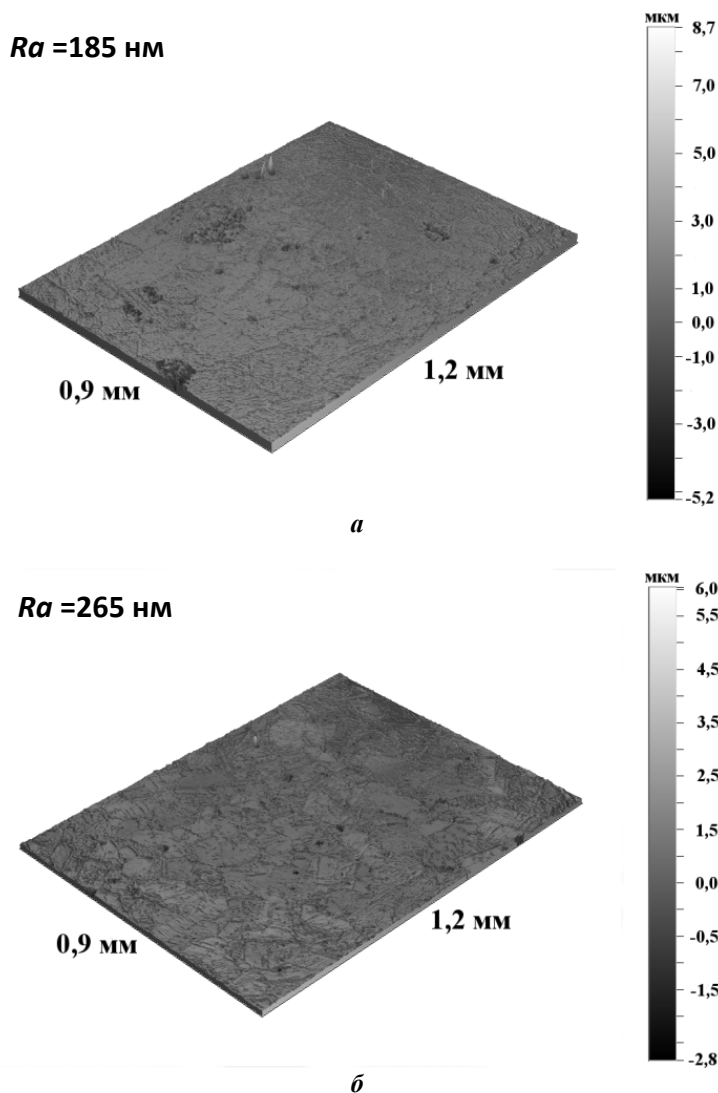


Рис. 2. Трехмерные профилограммы поверхности стали 04X17H18T после цементации (а) и азотирования (б)

формированием в поверхностном слое пересыщенного углеродом аустенита γ_C и карбидов хрома $Cr_{23}C_6$. Азотирование приводит к еще большему упрочнению аустенитной хромоникелевой стали (до 1390 HV 0,025) в результате формирования в структуре S-фазы (пересыщенного азотом аустенита γ_N), ϵ ($Fe_{2-3}N$)- и γ' (Fe_4N)-фаз. Исследуемая сталь, подвергнутая цементации, характеризуется большей глубиной упрочненного слоя, чем сталь после азотирования.

Показано, что и при цементации, и при азотировании при температуре $T=350^\circ C$ достигается достаточно низкий уровень значений параметра шероховатости Ra (185 и 265 нм соответственно).

Таким образом, низкотемпературные (при температуре $T=350^\circ C$) цементация и азотирование в плазме электронного пучка могут рассматриваться в качестве эффективных финишных упрочняющих обработок аустенитной хромоникелевой стали, обеспечивающих 5–6-кратный рост микротвердости при одновременном обеспечении низкой шероховатости поверхности.

Авторы выражают благодарность за участие в работе к. т. н. А.С. Мамаеву и Г.В. Самойловой.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 18-38-00561 мол_а и в рамках государственных заданий ИМАШ УрО РАН по теме № АААА-А18-118020790148-1 и ИФМ УрО РАН по теме «Структура» № АААА-А18-118020190116-6 (проект УрО РАН № 18-10-2-39). Исследования выполнены в ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН.

Статья подготовлена по материалам докладов участников IX Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2019) с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 9–13 сентября 2019 года.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Menthe E., Bulak A., Olfe J., Zimmermann A., Rie K.-T. Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding // Surface and Coatings Technology. 2000. Vol. 133-134. P. 259–263.
2. Sun Y. Tribocorrosion behavior of low temperature plasma carburized stainless steel // Surface and Coatings Technology. 2013. Vol. 228. № 1. P. S342–S348.

3. Ernst F., Cao Y., Michal G.M., Heuer A.H. Carbide precipitation in austenitic stainless steel carburized at low temperature // *Acta Materialia*. 2007. Vol. 55. № 6. P. 1895–1906.
4. Гаврилов Н.В., Меньшаков А.И. Низкотемпературное азотирование нержавеющей аустенитной стали в плазме электронного пучка при 400 °С // *Физика и химия обработки материалов*. 2012. № 5. С. 31–36.
5. Cao Y., Ernst F., Michal G.M. Colossal carbon supersaturation in austenitic stainless steels carburized at low temperature // *Acta Materialia*. 2003. Vol. 51. № 14. P. 4171–4181.
6. Sun Y. Kinetics of low temperature plasma carburizing of austenitic stainless steels // *Journal of Materials Processing Technology*. 2005. Vol. 168. № 2. P. 189–194.
7. Jayalakshmi M., Huilgol P., Ramachandra B.B., Udaya B.K. Microstructural characterization of low temperature plasma-nitrided 316L stainless steel surface with prior severe shot peening // *Materials and Design*. 2016. Vol. 108. P. 448–454.
8. Romedenne M., Rouillard F., Dupray B., Hamon D., Tabarant M., Monceau D. Carburization of austenitic and ferritic steels in carbon-saturated sodium: preliminary results on the diffusion coefficient of carbon at 873 K // *Oxidation of Metals*. 2016. Vol. 87. № 5-6. P. 643–653.
9. Borgioli F., Fossati A., Galvanetto E., Vacci T. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature // *Surface and Coatings Technology*. 2005. Vol. 200. № 7. P. 2474–2480.
10. Макаров А.В., Гаврилов Н.В., Самойлова Г.В., Мамаев А.С., Осинцева А.Л., Саврай Р.А. Влияние непрерывного и газодиффузионного плазменного азотирования на качество наноструктурированной поверхности аустенитной нержавеющей стали // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2017. № 2. С. 55–66.
11. Макаров А.В., Самойлова Г.В., Мамаев А.С., Осинцева А.Л., Саврай Р.А. Влияние предварительной деформационной обработки на упрочнение и качество азотированной поверхности аустенитной нержавеющей стали // *Вектор науки Тольяттинского государственного университета*. 2017. № 4. С. 67–74.
12. Скорынина П.А., Макаров А.В., Меньшаков А.И., Осинцева А.Л. Влияние низкотемпературной цементации в плазме электронного пучка на упрочнение и шероховатость поверхности метастабильной аустенитной стали // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2019. Т. 21. № 2. С. 97–109.
13. Makarov A.V., Samoilova G.V., Gavrilov N.V., Mamaev A.S., Osintseva A.L., Kurennykh T.E., Savrai R.A. Effect of Preliminary Nanostructuring Frictional Treatment on the Efficiency of Nitriding of Metastable Austenitic Steel in Electron Beam Plasma // *AIP Conference Proceedings*. 2017. Vol. 1915. P. 030011–1030011.
14. Гаврилов Н.В., Мамаев А.С., Чукин А.В. Азотирование нержавеющей стали в плазме электронного пучка в импульсном и непрерывном режимах генерации // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2017. № 11. С. 61–67.
15. Ciancaglion I., Donnini R., Kaciulis S., Mezzi A., Montanari R., Ucciardello N., Verona-Rinati G. Surface modification of austenitic steels by low-temperature carburization // *Surface and Interface Analysis*. 2012. Vol. 44. № 8. P. 1001–1004.
16. Tong X.S., Zhang T., Ye W. Effect of carburizing atmosphere proportion on low temperature plasma carburizing of austenitic stainless steel // *Advanced Materials, Mechanics and Industrial Engineering*. 2014. Vol. 598. P. 90–93.
17. Blawert C., Mordike B.L., Collins G.A., Jirásková Y., Schneeweiss O., Perina V. Characterisation of duplex layer structures produced by simultaneous implantation of nitrogen and carbon into austenitic stainless steel X5CrNi189 // *Surface and Coatings Technology*. 2000. Vol. 128-129. № 1. P. 219–225.
18. Corujeira G.S., Dong H. EBSD and AFM observations of the microstructural changes induced by low temperature plasma carburising on AISI 316 // *Applied Surface Science*. 2011. Vol. 258. № 1. P. 608–613.
19. Menezes M.R., Godoy C., Buono V.T.L., Schwartzman M., Avelar-Batista Wilson J.C. Effect of shot peening and treatment temperature on wear and corrosion resistance of sequentially plasma treated AISI 316L steel // *Surface and Coatings Technology*. 2017. Vol. 309. P. 651–662.
20. Lin Y., Lu J., Wang L., Xu T., Xue Q. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel // *Acta Materialia*. 2006. Vol. 54. № 20. P. 5599–5605.

REFERENCES

1. Menthe E., Bulak A., Olfe J., Zimmermann A., Rie K.-T. Improvement of the mechanical properties of austenitic stainless steel after plasma nitriding. *Surface and Coatings Technology*, 2000, vol. 133-134, pp. 259–263.
2. Sun Y. Tribocorrosion behavior of low temperature plasma carburized stainless steel. *Surface and Coatings Technology*, 2013, vol. 228, no. 1, pp. S342–S348.
3. Ernst F., Cao Y., Michal G.M., Heuer A.H. Carbide precipitation in austenitic stainless steel carburized at low temperature. *Acta Materialia*, 2007, vol. 55, no. 6, pp. 1895–1906.
4. Gavrilov N.V., Menshakov A.I. Low temperature nitriding of stainless steel in electron beam plasma at 400 °C. *Fizika i khimiya obrabotki materialov*, 2012, no. 5, pp. 31–36.
5. Cao Y., Ernst F., Michal G.M. Colossal carbon supersaturation in austenitic stainless steels carburized at low temperature. *Acta Materialia*, 2003, vol. 51, no. 14, pp. 4171–4181.
6. Sun Y. Kinetics of low temperature plasma carburizing of austenitic stainless steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 2005, vol. 168, no. 2, pp. 189–194.
7. Jayalakshmi M., Huilgol P., Ramachandra B.B., Udaya B.K. Microstructural characterization of low temperature plasma-nitrided 316L stainless steel surface with prior severe shot peening. *Materials and Design*, 2016, vol. 108, pp. 448–454.

8. Romedenne M., Rouillard F., Dupray B., Hamon D., Tabarant M., Monceau D. Carburization of austenitic and ferritic steels in carbon-saturated sodium: preliminary results on the diffusion coefficient of carbon at 873 K. *Oxidation of Metals*, 2016, vol. 87, no. 5-6, pp. 643–653.
9. Borgioli F., Fossati A., Galvanetto E., Bacci T. Glow-discharge nitriding of AISI 316L austenitic stainless steel: influence of treatment temperature. *Surface and Coatings Technology*, 2005, vol. 200, no. 7, pp. 2474–2480.
10. Makarov A.V., Gavrilov N.V., Samoylova G.V., Mamaev A.S., Osintseva A.L., Savray R.A. Effect of a continuous and gas-cyclic plasma nitriding on the quality of nanostructured austenitic stainless steel. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2017, no. 2, pp. 55–66.
11. Makarov A.V., Samoylova G.V., Mamaev A.S., Osintseva A.L., Savray R.A. The influence of preliminary deformation treatment on the hardening and quality of the nitrided surface of austenite stainless steel. *Vektor nauki Tolyatinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2017, no. 4, pp. 67–74.
12. Skorynina P.A., Makarov A.V., Menshakov A.I., Osintseva A.L. Effect of low-temperature carburization in electron beam plasma on the hardening and surface roughness of the metastable austenitic steel. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2019, vol. 21, no. 2, pp. 97–109.
13. Makarov A.V., Samoiloa G.V., Gavrilov N.V., Mamaev A.S., Osintseva A.L., Kurennykh T.E., Savrai R.A. Effect of Preliminary Nanostructuring Frictional Treatment on the Efficiency of Nitriding of Metastable Austenitic Steel in Electron Beam Plasma. *AIP Conference Proceedings*, 2017, vol. 1915, pp. 030011–1030011.
14. Gavrilov N.V., Mamaev A.S., Chukin A.V. Stainless Steel Nitriding in Electron Beam-Generated Plasma at Pulsed and DC-Modes of Beam Generation. *Poverkhnost. Rentgenovskie, sinkhrotronnye i neytronnye issledovaniya*, 2017, no. 11, pp. 61–67.
15. Ciancaglioni I., Donnini R., Kaciulis S., Mezzi A., Montanari R., Ucciardello N., Verona-Rinati G. Surface modification of austenitic steels by low-temperature carburization. *Surface and Interface Analysis*, 2012, vol. 44, no. 8, pp. 1001–1004.
16. Tong X.S., Zhang T., Ye W. Effect of carburizing atmosphere proportion on low temperature plasma carburizing of austenitic stainless steel. *Advanced Materials, Mechanics and Industrial Engineering*, 2014, vol. 598, pp. 90–93.
17. Blawert C., Mordike B.L., Collins G.A., Jirásková Y., Schneeweiss O., Perina V. Characterisation of duplex layer structures produced by simultaneous implantation of nitrogen and carbon into austenitic stainless steel X5CrNi189. *Surface and Coatings Technology*, 2000, vol. 128-129, no. 1, pp. 219–225.
18. Corujeira G.S., Dong H. EBSD and AFM observations of the microstructural changes induced by low temperature plasma carburising on AISI 316. *Applied Surface Science*, 2011, vol. 258, no. 1, pp. 608–613.
19. Menezes M.R., Godoy C., Buono V.T.L., Schvartzman M., Avelar-Batista Wilson J.C. Effect of shot peening and treatment temperature on wear and corrosion resistance of sequentially plasma treated AISI 316L steel. *Surface and Coatings Technology*, 2017, vol. 309, pp. 651–662.
20. Lin Y., Lu J., Wang L., Xu T., Xue Q. Surface nanocrystallization by surface mechanical attrition treatment and its effect on structure and properties of plasma nitrided AISI 321 stainless steel. *Acta Materialia*, 2006, vol. 54, no. 20, pp. 5599–5605.

**THE INFLUENCE OF LOW-TEMPERATURE PLASMA MODIFICATION
WITH CARBON AND NITROGEN ON THE HARDENING AND SURFACE ROUGHNESS
OF AUSTENITIC STAINLESS STEEL**

© 2019

P.A. Skorynina, junior researcher

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

A.V. Makarov, Corresponding Member of RAS, Doctor of Sciences (Engineering), Head of Materials Science Department,
Head of the Laboratory of Mechanical Properties

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

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

A.I. Menshakov, PhD (Engineering), researcher

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

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

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

M.A. Chalina, postgraduate student

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

Keywords: austenitic stainless steel; plasma carburization; plasma nitriding; low-energy electron beam; microhardness; surface roughness.

Abstract: Low-temperature plasma carburization and low-temperature plasma nitriding are the effective methods for hardening of thermally nonhardenable austenitic chromium-nickel steels. However, the ion-plasma methods of surface modification can lead to the roughness parameter increase. Previously, the authors identified that the level of surface roughness strongly depends on the temperature of plasma treatment. The hot topic of the research is the reduction of temperature of chemical and thermal treatment to ensure the effective hardening and low surface roughness of austenitic chromium-nickel steel.

In this paper, using the X-ray phase analysis, microhardness measurements at various loads and optical profilometry, the authors studied the influence of carburization and nitriding in the electron beam plasma at the temperature of $T=350$ °C on the phase composition, microhardness and surface roughness of 04Cr17Ni8Ti austenitic steel. It is established that carburization and nitriding in the plasma generated by low-energy electron beam provides an increase in microhardness of the surface of austenitic steel in 5–6 times (from 220 to 1100 HV and 1390 HV 0.025, respectively). The effective hardening of the surface layer of austenitic steel is associated with the formation as a result of low-temperature plasma modification of carbon-supersaturated austenite γ_C and chromium carbides $Cr_{23}C_6$ during carburization, as well as S-phase (nitrogen-supersaturated austenite γ_N), ϵ -phase ($Fe_{2,3}N$) and γ' -phase (Fe_4N) during nitriding. The study identified that stainless austenitic steel after carburization is characterized by the greater depth of a hardened layer than in the case of plasma nitriding. Low-temperature (at the temperature of $T=350$ °C) treatment in the plasma electron beam by carburization and nitriding provides the formation of a high-quality 04Cr17Ni8Ti steel surface with low values of roughness parameter Ra (185–265 nm) and, therefore, can be considered as a finishing operation during the surface hardening of austenitic steel.

ПРОЦЕСС ОКИСЛЕНИЯ В ТЕКСТУРОВАННЫХ ТОНКИХ ЛЕНТАХ ИЗ БИНАРНЫХ СПЛАВОВ НА МЕДНОЙ ОСНОВЕ

© 2019

Т.Р. Суаридзе, младший научный сотрудник

Ю.В. Хлебникова, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник

Д.П. Родионов, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник

Л.Ю. Егорова, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

Институт физики металлов имени М.Н. Михеева

Уральского отделения Российской академии наук, Екатеринбург (Россия)

Ключевые слова: текстурованные ленты; бинарные медные сплавы; окисление; структура поверхности; комплексные оксиды.

Аннотация: В настоящей работе проведено исследование развития процесса окисления в ряде бинарных медных сплавов (Cu – 40 % Ni, Cu – 30 % Ni, Cu – 1,6 % Fe, Cu – 0,4 % Cr). Определены преимущественные места зарождения очагов коррозии на поверхности текстурованных лент-подложек из сплавов Cu–Me (где Me=Ni, Cr, Fe) после отжига в окислительной атмосфере в течение 5, 30 и 250 мин при температуре 700 °С. Установлено, что окисление поверхности тонких лент из сплавов Cu – 0,4 % Cr и Cu – 1,6 % Fe происходит не однородно, в отличие от сплавов Cu – 40 % Ni и Cu – 30 % Ni. Более интенсивно очаги коррозии формируются на выделившихся частицах легирующего элемента – чистого хрома или железа, обладающих ОЦК-решеткой.

Обнаружено, что оксидная пленка, сформировавшаяся в результате длительного отжига, в сплавах Cu–Cr и Cu–Fe имеет большую толщину в области границ зерен. По данным рентгеноспектрального микроанализа, в спектрах, снятых с границ, регистрируется большее содержание кислорода, чем в центральной зоне зерна.

Показано, что в текстурованных лентах из сплавов Cu–Cr и Cu–Fe в процессе кратковременного отжига (700 °С, 5 и 30 мин) происходит не только окисление поверхности, но и внутреннее окисление лент. В результате электронно-дифракционного анализа было установлено, что в процессе окисления на частицах легирующего элемента при отжиге образуется слой комплексного оксида типа шпинели $CuMe_2O_4$ (Me=Cr, Fe), в медной матрице при этом происходит выделение дисперсных оксидов меди, преимущественно Cu_2O с незначительной долей CuO .

ВВЕДЕНИЕ

В ряде случаев при выполнении совокупности технологических приемов в ГЦК-сплавах на медной или никелевой основе возможно формирование острой биаксиальной кубической текстуры $\{100\} \langle 100 \rangle$ [1; 2]. Использование бинарных сплавов Cu–Me при создании текстурированных лент-подложек, полученных путем холодной деформации с высокими степенями обжатия и рекристаллизационного отжига, для последующего осаждения на них высокотемпературных сверхпроводников (далее – ВТСП) нацелено прежде всего на повышение механических свойств металлических лент при сохранении немагнитных характеристик и острой биаксиальной текстуры, присущих лентам-подложкам из чистой меди [3–5]. Согласно [6–8], добавка железа в медь способствует увеличению прочностных характеристик лент более чем в 2 раза по сравнению с медными лентами, а никеля – более чем в 3 раза [9–11]. Упрочнение медно-го сплава за счет легирования такими металлами, как Ni, Fe и Cr, позволяет в дальнейшем уменьшить вес всей конструкции ВТСП-провода. Вместе с тем, следует отметить, что сплавы Cu–Cr и Cu–Ni также обладают высокой электропроводностью и коррозионной стойкостью [12; 13].

Поскольку протяженные ленты-подложки в дальнейшем планируется применять в технологии изготовления высокотемпературных сверхпроводящих проводов 2-го поколения (2G HTSC) необходимо, чтобы ленты из бинарных медных сплавов не уступали по своим характеристиками медным лентам. Помимо совершенной кубической текстуры, немагнитности при 77 К (рабочая температура ВТСП) и высоких прочностных свойств, спла-

вы Cu–Me должны обладать еще и достаточной стойкостью к окислению при температурах нанесения эпитаксиальных слоев, которые, в свою очередь, варьируются в зависимости от химического состава и желаемой толщины функционального слоя. Однако зачастую температура нанесения буферных и сверхпроводящих слоев составляет 600–700 °С [14–16]. В частности, в работе [17] температура роста слоев достигала 760 °С.

В настоящее время в литературе имеются немногочисленные данные об исследовании процесса коррозии в текстурованных лентах-подложках. В работе [2] обобщены данные для сплавов на основе никеля. Авторами [18] были проведены термогравиметрические исследования тонких лент из медных сплавов, в результате которых было установлено, что медно-никелевые сплавы обладают более высокой стойкостью к окислению, чем чистая медь и сплавы Cu–Fe и Cu–Cr, что согласуется с данными работ [12; 19; 20], полученными в результате испытаний массивных образцов. В связи с этим представляет интерес более подробно изучить процесс коррозии в тонких лентах из бинарных медных сплавов, толщина которых составляет 80–100 мкм. К тому же, согласно [19], высокотемпературный нагрев сплавов на основе Cu способствует не только окислению поверхности, но также под слоем оксидов на некоторую толщину в зависимости от условий (времени и температуры нагрева) происходит внутреннее окисление, что особенно опасно для изделий с малой толщиной. В тонких металлических лентах процесс внутреннего окисления может привести к падению прочностных свойств подложек ввиду перехода легирующего элемента, находящегося в твердом растворе, в оксиды.

Цель работы – исследование развития процесса окисления в тонких текстурованных лентах из сплавов Cu–Me (где Me=Ni, Fe, Cr) на различных стадиях отжига в окислительной атмосфере при 700 °С.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

В настоящей работе для исследований были выплавлены медь и бинарные медные сплавы следующих составов (вес.%): Cu – 40 % Ni, Cu – 30 % Ni, Cu – 1,6 % Fe, Cu – 0,4 % Cr. Выплавка сплавов системы Cu–Me проводилась с использованием меди марки М0 (чистота 99,95 %) и никеля (чистота 99,99 %), чистота таких легирующих элементов, как железо и хром, составляла не менее 99,93 %.

Технология создания тонких металлических лент, где детально описаны все операции по выплавке лабораторных сплавов, холодной деформации прокаткой заготовок, рекристаллизационным отжигом лент с целью формирования текстуры рекристаллизации, опубликована в работах [8; 10]. Наиболее острая кубическая текстура на поверхности тонких лент, в которой доля зерен с ориентацией $\{001\}\langle 100 \rangle \pm 10^\circ$ составляла не менее 95 %, формировалась в результате текстурообразующего отжига, проведенного при температурах 700–850 °С для сплавов Cu – 1,6 % Fe, Cu – 0,4 % Cr, и 1050–1100 °С для сплавов Cu – (30–40 %) Ni (таблица 1). Длительность отжига составляла 1 ч. Далее, текстурованные ленты-подложки были дополнительно отожжены при 700 °С в течение 5, 30 и 250 мин в окислительной атмосфере, с целью выявления на поверхности сплавов преимущественных мест зарождения очагов коррозии.

Анализ микроструктуры поверхности образцов был проведен с помощью сканирующих и просвечивающих электронных микроскопов: Phenom XL, FEI Quanta-200, JEM-200CX при ускоряющем напряжении 160 кВ, и Tescan G² 30 Twin, CM-30 Philips при ускоряющем напряжении 300 кВ. Тонкие фольги для исследований на просвет были изготовлены по стандартным методикам в реактиве «Ленуара».

Оценка содержания кислорода и легирующих элементов на поверхности лент на различных стадиях окисления была произведена при помощи спектрометра EDAX на электронных микроскопах Phenom XL и FEI Quanta-200.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Структура поверхности текстурованных лент-подложек до окисления. Изображение структуры поверхности текстурованных лент-подложек из меди и бинарных медных сплавов представлено на рис. 1. Как можно видеть из рис. 1 а и 1 б, на поверхности лент из чистой меди и медно-никелевых сплавов формируется однородная структура с небольшим количеством двойников. Размер сформировавшихся зерен в медной ленте составлял $d_{cp} \sim 30 \pm 2$ мкм, а у сплавов Cu – 40 % Ni и Cu – 30 % Ni величина зерен имела несколько большее значение – от 50–90 мкм, что связано с применением более высокой температуры рекристаллизационного отжига для медно-никелевых сплавов.

Исследование текстурованных лент-подложек из двойных сплавов Cu–Fe и Cu–Cr показало, что в структуре данных сплавов в направлении прокатки наблюдается вытянутость зерен (рис. 1 в, 1 г). Это обусловлено выделением дисперсных частиц – чистого железа и хрома соответственно. Отметим, что выделившиеся включения, обладающие ОЦК-решеткой, были распределены равномерно по всей медной матрице, как по границам, так и внутри зерен. Их размер в сплаве Cu – 1,6 % Fe составлял 50–200 нм [8], а в сплаве Cu – 0,4 % Cr – 20–100 нм [10]. В качестве примера на рис. 2 изображена структура сплава Cu – 1,6 % Fe после текстурообразующего отжига при 850 °С, 1 ч и представлены результаты энергодисперсионного микроанализа, снятые с частицы легирующего элемента и участка матрицы.

Структура поверхности тонких лент после окисления. Поскольку основная цель настоящей работы заключалась в исследовании развития процесса окисления в тонких лентах, для ее достижения необходимо было определить области преимущественных мест зарождения очагов коррозии. Для этого с использованием микрорентгеноспектрального анализа определялось содержание кислорода и легирующих элементов на поверхности образцов на различных этапах окисления, т. е. после отжигов в течение 5, 30 и 250 мин при 700 °С. Следует отметить, что до проведения дополнительных отжигов на поверхности всех образцов, по данным микроанализа, наличие кислорода не было обнаружено.

На рис. 3 изображена структура поверхности образцов из чистой меди и сплава Cu – 40 % Ni после отжига,

Таблица 1. Химический состав, температура начала первичной рекристаллизации, предел текучести при 20 °С и параметры текстуры отожженных лент из меди и бинарных сплавов Cu–Me [8; 10]

Состав сплава, вес. %	Температура начала рекристаллизации, °С	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа*	Параметры текстуры после рекристаллизационного отжига	
			Температура оптимального отжига, °С	Доля кубической составляющей в текстуре отжига, %
Cu	200	25	600	95
Cu – 0,4 Cr	330	65	700	95
Cu – 1,6 Fe	260	78	850	98
Cu – 30 Ni	520	80	1050	96
Cu – 40 Ni	535	82	1100	99

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

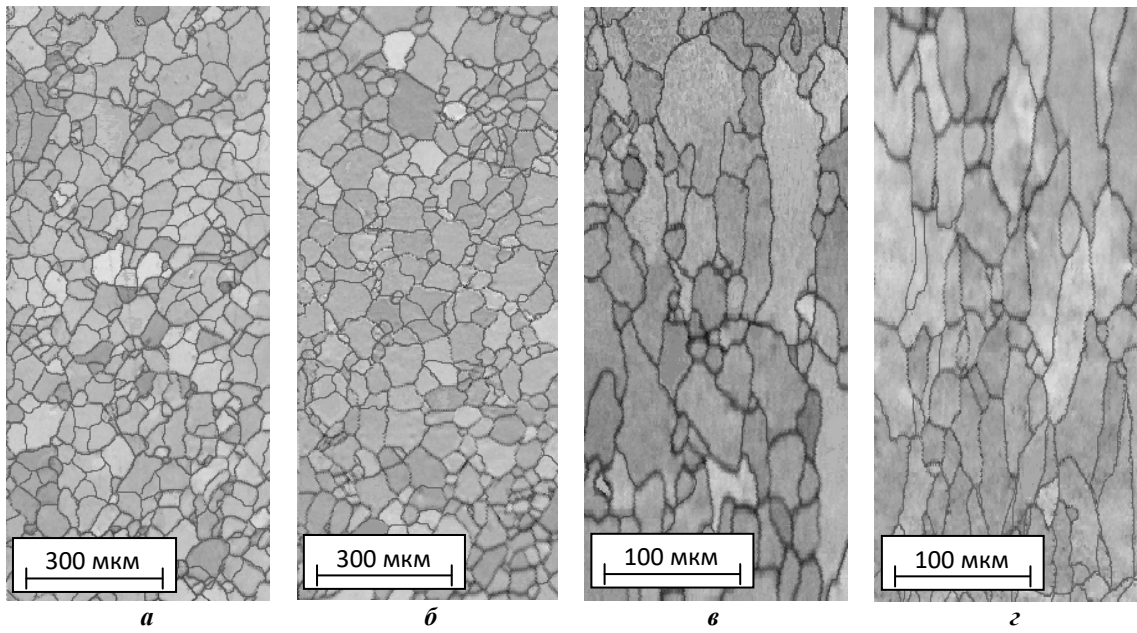


Рис. 1. Структура поверхности лент-подложек из чистой меди (**а**) и сплавов $Cu-Me$: **б** – $Cu - 30\% Ni$; **в** – $Cu - 0,4\% Cr$; **г** – $Cu - 1,6\% Fe$

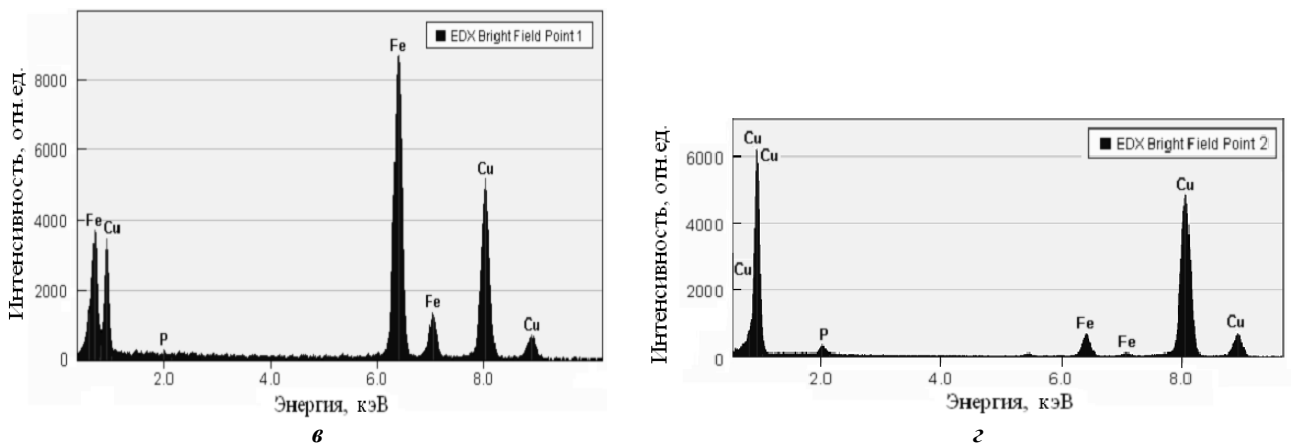
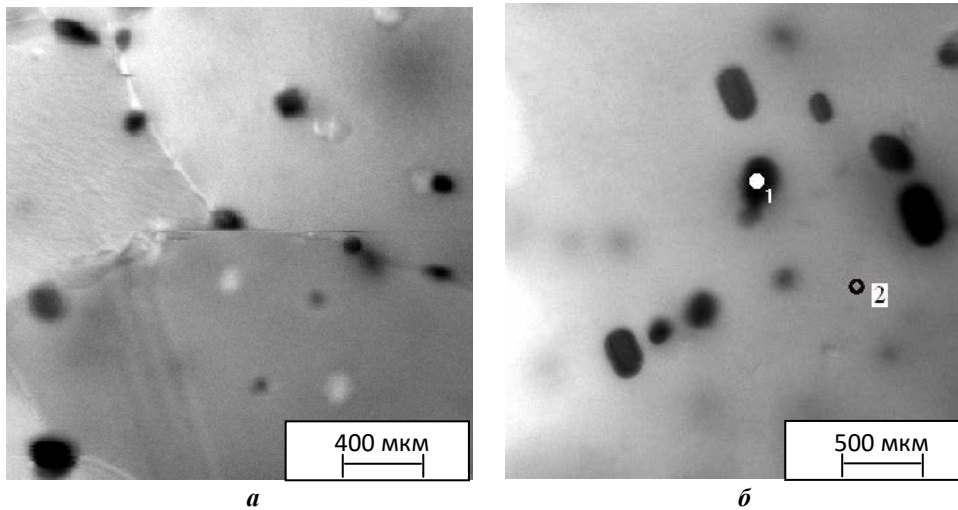


Рис. 2. Микроструктура ленты из сплава $Cu - 1,6\% Fe$ после текстурообразующего отжига при $850\text{ }^{\circ}C$, 1 ч:
а – характер распределения дисперсных частиц в структуре ленты;
б – участки съемки спектров; **в** – спектр, снятый с частицы (точка 1);
г – спектр, снятый с матрицы (точка 2)

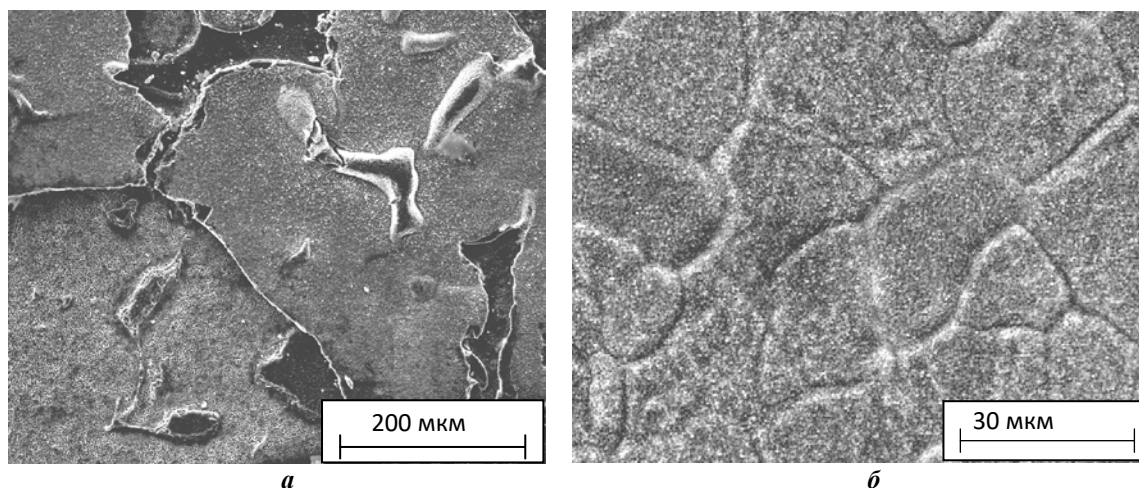


Рис. 3. Электронные микрофотографии окисленной поверхности лент из чистой меди (а) и бинарного сплава $\text{Cu} - 40\% \text{Ni}$ (б) после отжига в течение 250 мин при 700°C

проводившегося в течение 250 мин при 700°C . Дополнительный отжиг способствовал формированию на поверхности медной ленты плотного оксидного слоя с множеством трещин, по своему составу близкого к Cu_2O (рис. 3 а). Исследование структуры после изотермической выдержки в течение 30 мин при 700°C показало, что образовавшаяся в результате отжига оксидная пленка была более тонкой и содержание кислорода в ней варьировалось от 17 до 23 ат. %. На самых ранних стадиях окисления (5 мин при 700°C) было определено, что процесс коррозии шел равномерно по всей поверхности образца из медной ленты.

Исследование окисленной поверхности лент-подложек из медно-никелевых сплавов показало, что на начальных стадиях окисления наблюдалось такое же однородное изменение поверхности образцов, как и в медной ленте. Яркие выраженные оксидные очаги в структуре сплавов $\text{Cu} - 40\% \text{Ni}$ и $\text{Cu} - 30\% \text{Ni}$ не было обнаружено. Следует отметить, что процесс окисления в медно-никелевых сплавах проходил значительно медленнее, чем в образцах из чистой меди. На рис. 3 б видно, что даже после отжига при 700°C в течение 250 мин сквозь сформировавшуюся оксидную пленку на поверхности тонких лент из сплавов Cu-Ni просматривались границы зерен.

Еще больший интерес представляло исследование развития процесса окисления в медных лентах с добавками Fe и Cr. После отжига образцов в окислительной атмосфере в течение 30 мин при 700°C было обнаружено, что образование оксидов на поверхности шло неоднородно, как это было в чистой меди и сплавах Cu-Ni , а более интенсивно на выделившихся включениях – чистого железа и хрома соответственно. Анализ структуры сплавов Cu-Fe и Cu-Cr на более поздних стадиях окисления показал, что со временем отдельные очаги коррозии растут и постепенно формируются в общую оксидную пленку.

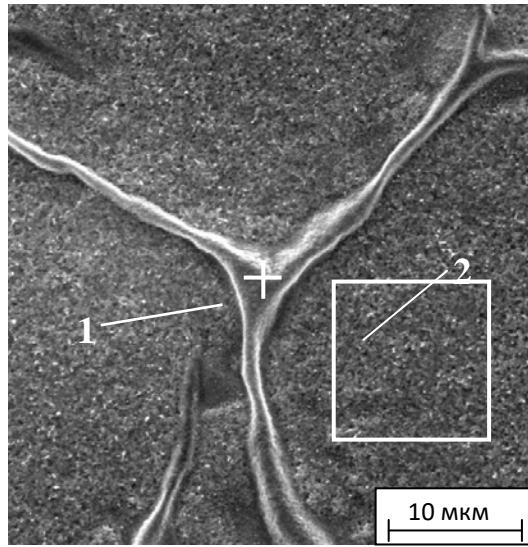
Заметим, что образовавшаяся в результате длительного отжига (выдержка 250 мин при 700°C) пленка имела большую толщину в области границ зерен (рис. 4). Исходя из данных рентгеноспектрального микроанализа,

за, в спектрах, снятых с центральной зоны зерна, было зафиксировано меньшее содержание кислорода, чем в спектрах, снятых с границ зерен, к тому же регистрировалось повышенное содержание легирующего элемента, по сравнению со средним его содержанием в сплавах (рис. 4 б, 4 в). В медно-никелевых сплавах при этом не наблюдалось различий в окислении тела и границ зерна.

Внутреннее окисление в лентах-подложках их сплавов $\text{Cu} - 0,4\% \text{Cr}$ и $\text{Cu} - 1,6\% \text{Fe}$. За счет диффузии кислорода вглубь металла ленты в процессе отжига и избирательного окисления легирующего элемента возможно образование оксидного слоя на выделившихся включениях по всей толщине тонких лент из сплавов Cu-Fe и Cu-Cr , а также дисперсных оксидных частиц в медной матрице, обладающей ГЦК-решеткой.

В результате электронно-микроскопического исследования структуры лент-подложек из сплавов $\text{Cu} - 0,4\% \text{Cr}$ и $\text{Cu} - 1,6\% \text{Fe}$ после отжига в течение 5 мин при 700°C были обнаружены многочисленные оксидные выделения разных составов, большая часть из которых имела четкую кристаллографическую огранку. Размер наиболее крупных частиц в сплаве $\text{Cu} - 0,4\% \text{Cr}$ достигал 0,3 мкм, а в сплаве $\text{Cu-Fe} - 0,5$ мкм.

При анализе структуры ленты из сплава $\text{Cu} - 0,4\% \text{Cr}$ после отжига в течение 30 мин на темнопольных и светлопольных изображениях не наблюдалось заметного контраста центральной и периферийной зон частиц, как это было на самых ранних стадиях окисления (рис. 5, рис. 6). Согласно полученным данным, на электронно-дифракционных картинах были обнаружены рефлексы типа (113), (022), (115), (135), (224), (355) и (260), относящиеся к решетке комплексного оксида CuCr_2O_4 с осью зоны $[\bar{1}5\ 54]$. Темнопольное изображение, представленное на рис. 5 б, было получено в рефлексе $g_1=026$ оксида CuCr_2O_4 (на электронограмме показан стрелкой). Помимо комплексного оксида типа шпинели, имеющего четкую кристаллографическую огранку, в медной матрице также обнаружены дисперсные частицы закиси меди (Cu_2O) и оксидов меди (CuO) (рис. 5 а, б а). Одна из частиц оксида CuO , которая находится в отражающем положении, представлена на



а

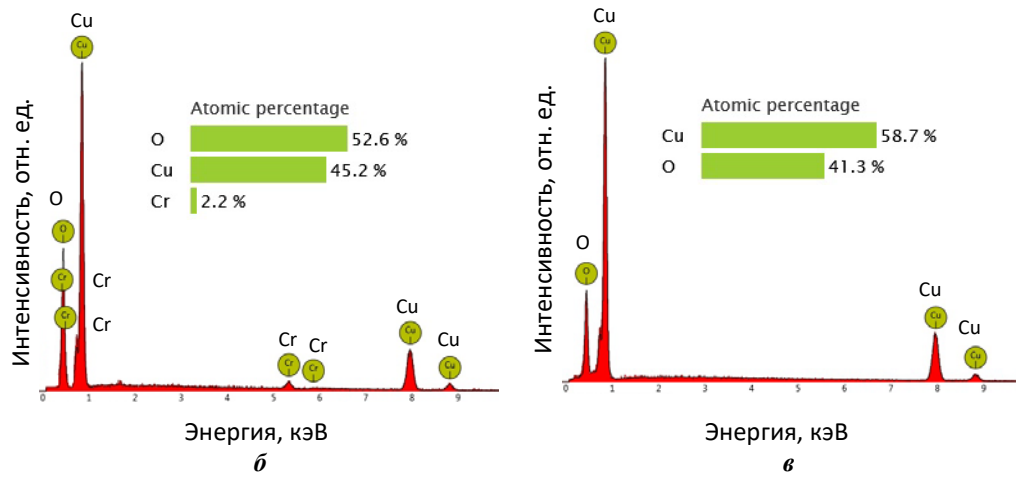
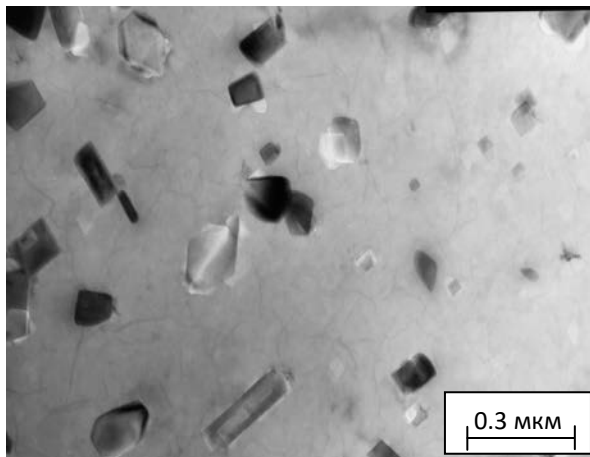
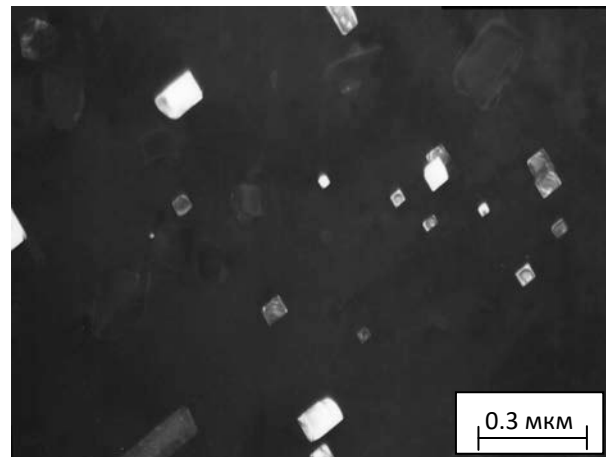


Рис. 4. Электронная микрофотография окисленной поверхности ленты из сплава Cu – 0,4 % Cr (**а**) и результаты микрорентгеноспектрального анализа с границы зерна (**б**) и участка в центре зерна (**в**)



а



б

Рис. 5. Структура ленты из сплава Cu – 0,4 % Cr после отжига в течение 30 мин при 700 °C:
а – светлпольное изображение;
б – темнопольное изображение в рефлексе типа $g_1=026$ комплексного оксида CuCr_2O_4 ;

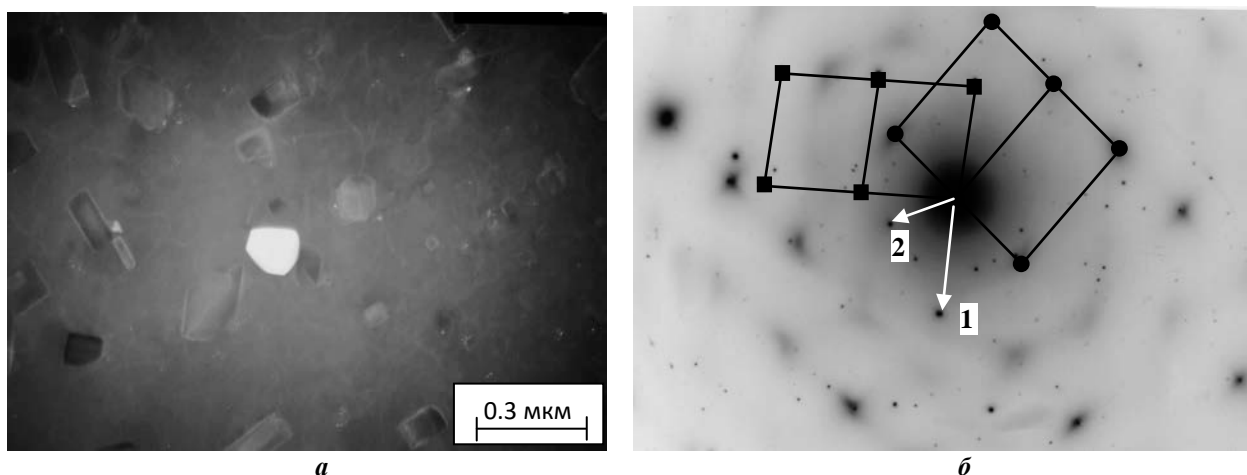


Рис. 6. Структура ленты из сплава $\text{Cu} - 0,4\% \text{Cr}$ после отжига в течение 30 мин при $700\text{ }^\circ\text{C}$:

а – темнопольное изображение в рефлексе $g_2 = \bar{1}11$ окиси меди CuO ;

б – электронно-дифракционная картина и схема расшифровки.

● – медная матрица с осью зоны $[\bar{1}1\bar{2}]$;

■ – комплексный оксид CuCr_2O_4 с осью зоны $[\bar{1}5\bar{5}4]$

рис. 6 а (темнопольное изображение получено в рефлексе $g_2 = \bar{1}11$, показан стрелкой на электронограмме рис. 6 б).

Исследование структуры текстурованных лент из сплава $\text{Cu} - 1,6\% \text{Fe}$ после отжига в течение 5 мин при $700\text{ }^\circ\text{C}$ показало, что образующиеся в процессе отжига оксиды повторяют кристаллографическую огранку частиц железа и по составу относятся к оксидам типа шпинели CuFe_2O_4 . На электронно-дифракционных картинах, кроме рефлексов, относящихся к медной матрице и комплексному оксиду, присутствуют также рефлексы записи меди Cu_2O .

По мере увеличения продолжительности дополнительного отжига до 30 мин в структуре ленты из бинарного сплава $\text{Cu}-\text{Fe}$ происходят изменения, аналогичные тем, что наблюдались в сплаве $\text{Cu}-\text{Cr}$. Увеличение толщины комплексного оксида на частицах легирующего элемента приводит к исчезновению контраста центральной и периферийной зон частиц и отсутствию рефлексов на электронограммах, принадлежащих ОЦК-железу.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В ходе работы показано, что процесс окисления в сплавах $\text{Cu}-\text{Ni}$ идет равномерно по всей поверхности образцов, а в сплавах $\text{Cu}-\text{Fe}$ и $\text{Cu}-\text{Cr}$ на ранних стадиях более интенсивно на выделившихся включениях легирующего элемента, о чем свидетельствует регистрация более высоких значений содержания кислорода в спектрах, снятых с этих дисперсных включений.

Обнаружено, что в текстурованных лентах-подложках из бинарных сплавов $\text{Cu} - 0,4\% \text{Cr}$ и $\text{Cu} - 1,6\% \text{Fe}$ в процессе дополнительных отжигов происходит как окисление поверхности, так и внутреннее окисление тонких лент. Согласно данным электронно-дифракционного анализа, на частицах легирующего элемента при кратковременном отжиге (5 и 30 мин при $700\text{ }^\circ\text{C}$) образуется слой комплексного оксида типа шпинели CuMe_2O_4 ($\text{Me}=\text{Cr}, \text{Fe}$), в медной матрице при этом происходит

выделение дисперсных оксидов меди, преимущественно закиси меди Cu_2O с незначительной долей окиси меди CuO .

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

Работа выполнена в рамках государственного задания по теме «Структура», при частичной финансовой поддержке гранта РФФИ № 18-33-00309 мол_а.

Статья подготовлена по материалам докладов участников IX Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2019) с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 9–13 сентября 2019 года.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Токонесущие ленты второго поколения на основе высокотемпературных сверхпроводников / под ред. А. Гояла. М.: ЛКИ, 2009. 432 с.
2. Родионов Д.П., Гервасьева И.В., Хлебникова Ю.В. Текстурованные подложки из никелевых сплавов. Екатеринбург: РИО УрО РАН, 2012. 112 с.
3. Soubeyroux J.L., Bruzek C.E., Girard A., Jorda J.L. Thermal Treatments for Biaxially Textured Cu-Ni Alloys for YBCO Coated Conductors // IEEE Transaction on applied superconductivity. 2005. Vol. 15. № 2. P. 2687–2690.
4. Tian H., Suo H.L., Mishin O.V., Zhang Y.B., Juul Jensen D., Grivel J.-C. Annealing behavior of a nanostructured Cu-45 at.%Ni alloy // Journal of Materials Science. 2013. Vol. 48. № 12. P. 4183–4190.
5. 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.
6. Gallistl B., Kirchschrager R., Hassel A.W. Biaxially textured copper-iron alloys for coated conductors //

- Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science. 2012. Vol. 209. № 5. P. 875–879.
7. Varanasi C.V., Barnes P.N., Yust N.A. Biaxially textured copper and copper–iron alloy substrates for use in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ coated conductors // *Superconductor Science and Technology*. 2006. Vol. 19. № 19. P. 85–95.
 8. Хлебникова Ю.В., Гервасьева И.В., Суаридзе Т.Р., Родионов Д.П., Егорова Л.Ю. Создание текстурованных лент-подложек из сплавов Cu–Fe для высокотемпературных сверхпроводников второго поколения // Письма в Журнал технической физики. 2014. Т. 40. № 19. С. 27–33.
 9. Chen X.P., Sun H.F., Chen D., Wang L.X., Liu Q. On recrystallization texture and magnetic property of Cu–Ni alloys // *Materials Characterization*. 2016. Vol. 121. P. 149–156.
 10. Хлебникова Ю.В., Родионов Д.П., Гервасьева И.В., Егорова Л.Ю., Суаридзе Т.Р. Совершенная кубическая текстура, структура и механические свойства лент-подложек из немагнитных сплавов на основе меди // Журнал технической физики. 2015. Т. 85. № 3. С. 73–83.
 11. 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 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ coated conductors // *Superconductor Science and Technology*. 2006. Vol. 19. № 9. P. 896–901.
 12. Смирягин А.П., Смирягин Н.А., Белова Л.В. Промышленные цветные металлы и сплавы. М.: Металлургия, 1974. 488 с.
 13. Чембарисова Р.Г., Александров И.В., Ямилева А.М. Влияние структурных факторов на прочность и электропроводность объемных наноструктурных медных сплавов // Журнал технической физики. 2019. Т. 89. № 2. С. 192–201.
 14. Budai J.D., Christen D.K., Goyal A., He Q., Kroeger D.M., Lee D.F., List F.A., Norton D.P., Paranthaman M., Sales B.C., Specht E.D. High $\{T_c\}$ YBCO superconductor deposited on biaxially textured Ni substrate. US Patent № 5,968,877. 1999.
 15. Norton D.P., Park C., Goyal A. Buffer architecture for biaxially textured structures and method of fabricating same. US Patent № 6,716,795. 2004.
 16. Paranthaman M., Goyal A., Kroeger D.M., List F.A. Method for making MgO buffer layers on rolled nickel or copper as superconductor substrates. US Patent № 6,468,591. 2002.
 17. Гараева М.Я., Черных И.А., Крылова Т.С., Шайнуров Р.И., Красноперов Е.П., Занавескин М.Л. Разработка подхода формирования эпитаксиальных структур $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ -интерслоя- $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_x$ с высокой токнесущей способностью // Письма в Журнал технической физики. 2014. Т. 40. № 20. С. 47–53.
 18. Хлебникова Ю.В., Суаридзе Т.Р., Родионов Д.П., Егорова Л.Ю. Гервасьева И.В., Гуляева Р.И. Антикоррозионные свойства текстурованных лент-подложек из бинарных сплавов на основе меди // Физика металлов и металловедение. 2017. Т. 118. № 10. С. 1030–1037.
 19. Осинцев О.Е., Федоров В.Н. Медь и медные сплавы: отечественные и зарубежные марки. М.: Машиностроение, 2004. 336 с.
 20. Тихонов Б.С. Тяжелые цветные металлы. М.: Цветметинформация, 1999. 416 с.

REFERENCES

1. Goyal A., ed. *Second-Generation HTS Conductors*. Kluwer Academic Publisher, 2005. 348 p.
2. Rodionov D.P., Gervasyeva I.V., Khlebnikova Yu.V. *Teksturirovannyye podlozhki iz nikelovykh splavov* [Textured nickel alloy substrates]. Ekaterinburg, RIO UrO RAN Publ., 2012. 112 p.
3. Soubeyroux J.L., Bruzek C.E., Girard A., Jorda J.L. Thermal Treatments for Biaxially Textured Cu–Ni Alloys for YBCO Coated Conductors. *IEEE Transaction on applied superconductivity*, 2005, vol. 15, no. 2, pp. 2687–2690.
4. Tian H., Suo H.L., Mishin O.V., Zhang Y.B., Juul Jensen D., Grivel J.-C. Annealing behavior of a nanostructured Cu–45 at.%Ni alloy. *Journal of Materials Science*, 2013, vol. 48, no. 12. pp. 4183–4190.
5. 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.
6. Gallistl B., Kirchschrager R., Hassel A.W. Biaxially textured copper–iron alloys for coated conductors. *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*, 2012, vol. 209, no. 5, pp. 875–879.
7. Varanasi C.V., Barnes P.N., Yust N.A. Biaxially textured copper and copper–iron alloy substrates for use in $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ coated conductors. *Superconductor Science and Technology*, 2006, vol. 19, no. 19, pp. 85–95.
8. Khlebnikova Yu.V., Gervasyeva I.V., Suaridze T.R., Rodionov D.P., Egorova L. Yu. Creating textured substrate tapes of Cu–Fe alloys for second-generation high-temperature superconductors. *Technical Physics Letters*, 2014, vol. 40, pp. 841–844.
9. Chen X.P., Sun H.F., Chen D., Wang L.X., Liu Q. On recrystallization texture and magnetic property of Cu–Ni alloys. *Materials Characterization*, 2016, vol. 121, pp. 149–156.
10. Khlebnikova Yu.V., Rodionov D.P., Gervasyeva I.V., Egorova L. Yu., Suaridze T.R. Perfect cubic texture, structure, and mechanical properties of nonmagnetic copper-based alloy ribbon substrates. *Technical Physics*, 2015, vol. 60, no. 3, pp. 389–399.
11. 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 $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$ coated conductors. *Superconductor Science and Technology*, 2006, vol. 19, no. 9, pp. 896–901.
12. Smiryagin A.P., Smiryagin N.A., Belova L.V. *Promyshlennyye cvetnyye metally i splavy* [Industrial non-ferrous metals and alloys]. М.: Metallurgiya, 1974. 488 p.
13. Чембарисова Р.Г., Александров И.В., Ямилева А.М. The Influence of Structural Factors on Strength and Electric Conductivity of Bulk Nanostructured Copper Alloys. *Technical Physics*, 2019, vol. 64, no. 2, pp. 162–170.
14. Budai J.D., Christen D.K., Goyal A., He Q., Kroeger D.M., Lee D.F., List F.A., Norton D.P., Paranthaman M., Sales B.C., Specht E.D. *High $\{T_c\}$ YBCO superconductor*

- deposited on biaxially textured Ni substrate. US Patent № 5,968,877. 1999.
15. Norton D.P., Park C., Goyal A. *Buffer architecture for biaxially textured structures and method of fabricating same*. US Patent № 6,716,795. 2004.
 16. Paranthaman M., Goyal A., Kroeger D.M., List F.A. *Method for making MgO buffer layers on rolled nickel or copper as superconductor substrates*. US Patent № 6,468,591. 2002.
 17. Garaeva M.Ya., Chernykh I.A., Krylova T.S., Shainurov R.I., Krasnoperov E.P., Zanaevskiy M.L. Developing an approach based on the formation of YBa₂Cu₃O_x-interlayer-YBa₂Cu₃O_x epitaxial structures with high current-carrying ability. *Technical Physics Letters*, 2014, vol. 20, no. 10, pp. 905–908.
 18. Khlebnikova Yu.V., Suaridze T.R., Rodionov D.P., Egorova L.Yu., Gervas'eva I.V., Gulyaeva R.I. Anticorrosion properties of textured substrates made of copper-based binary alloys. *Physics of Metals and Metallography*, 2017, vol. 118, no. 10, pp. 982–989.
 19. Osintsev O.E., Fedorov V.N. *Med' i mednye splavy: otechestvennyye i zarubezhnyye marki* [Copper and copper alloys: domestic and foreign brands]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2004. 336 p.
 20. Tihonov B.S. *Tyazhelye cvetnye metally* [Heavy non-ferrous metals]. Moscow, Tsvetmetinformatsiya Publ., 1999. 416 p.

THE OXIDATION PROCESS IN THE TEXTURED THIN TAPES OF BINARY COPPER-BASED ALLOYS

© 2019

T.R. Suaridze, junior researcher

Yu.V. Khlebnikova, PhD (Engineering), leading researcher

D.P. Rodionov, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), chief researcher

L.Yu. Egorova, PhD (Engineering), senior researcher

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

Keywords: textured tapes; binary copper alloys; oxidation; surface structure; complex oxides.

Abstract: In the present work, the authors studied the development of the oxidation process in some binary copper alloys (Cu – 40 % Ni, Cu – 30 % Ni, Cu – 1.6 % Fe, Cu – 0.4 % Cr). The authors determined the principal locations for the formation of corrosion centers on the surface of textured tape substrates of Cu–Me alloys (where Me=Ni, Cr, Fe) after annealing in an oxidizing atmosphere for 5, 30, and 250 min at the temperature of 700 °C. The study established that the oxidation of the surface of thin tapes of Cu – 0.4 % Cr and Cu – 1.6 % Fe alloys is not homogeneous, in contrast to the Cu – 40 % Ni and Cu – 30 % Ni alloys. The corrosion centers formed more intensively on the segregated particles of the alloying element – pure chromium or iron with a bcc lattice.

The study discovered that the oxide film formed as a result of prolonged annealing, in Cu–Cr and Cu–Fe alloys, has a greater thickness in the zone of grain boundaries. According to the X-ray spectrum analysis, in the spectra taken from the boundaries, the higher oxygen content is registered than in the central zone of a grain.

The study shows that in the textured tapes of Cu–Cr and Cu–Fe alloys, both the surface oxidation and internal oxidation of tapes occur in the process of short-term annealing (700 °C, 5 and 30 min). As a result of electron-diffraction analysis, the authors identified that, in the course of oxidation, a layer of complex spinel-type CuMe₂O₄ (Me=Cr, Fe) oxide appears on the alloying element particles during the annealing, and the dispersed copper oxides, mainly Cu₂O with a small quantity of CuO, are produced in the copper matrix.

РАЗЛИЧИЯ В ЛОКАЛЬНОЙ АТОМНОЙ СТРУКТУРЕ АМОРФНЫХ СПЛАВОВ Ti_2NiCu , ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ЗАКАЛКИ ИЗ РАСПЛАВА И МЕТОДОМ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЙ

© 2019

Р.В. Сундеев, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник

А.В. Шалимова, кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник

Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина, Москва (Россия)

А.М. Глезер, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», Москва (Россия)

А.А. Велигжанин, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник

Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва (Россия)

Ключевые слова: аморфное состояние; закалка из расплава; большая пластическая деформация; кручение под высоким давлением; фазовое превращение; аморфизация.

Аннотация: В настоящее время продолжают систематические исследования структурных закономерностей, присущих металлическим материалам в процессе больших пластических деформаций. В частности, много интересных и важных результатов было получено при кручении образцов под высоким давлением в камере Бриджмена. Известно, что ряд сплавов и интерметаллидов в ходе деформации в камере Бриджмена переходят из кристаллического состояния в аморфное. Однако в литературе нет ответа на вопрос о сходстве или различии локальной структуры аморфных состояний одного и того же сплава, полученного различными способами (после закалки из расплава и кручения под высоким давлением).

В работе методами EXAFS-спектроскопии, рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии изучены особенности локальной атомной структуры аморфного сплава Ti_2NiCu , полученного методом закалки из расплава и полученного методом кручения под высоким давлением. Показано, что локальная атомная структура аморфных фаз, полученных методом закалки из расплава и методом кручения под высоким давлением, не идентична. Аморфная структура сплава Ti_2NiCu , полученная методом кручения под высоким давлением, уплотняется и становится более совершенной при значительных деформационных воздействиях по мере повышения величины деформации при комнатной температуре до $n=6$. Обнаружено, что радиусы первых координационных сфер пар атомов типа Cu-Ti и Ni-Ti, а также соответствующие координационные числа зависят как от способа получения аморфного состояния, так и от величины кручения под высоким давлением. Межатомные расстояния Cu-Ti и Ni-Ti незначительно увеличиваются после кручения под высоким давлением при $n=4$ по сравнению с состоянием после закалки из расплава. Рост величины деформации до $n=6$ приводит к уменьшению межатомных расстояний Cu-Ti и Ni-Ti по сравнению с состоянием после закалки из расплава.

ВВЕДЕНИЕ

Аморфные металлические сплавы (АМС) находят широкое практическое применение, поскольку обладают целым рядом разнообразных уникальных свойств, например высокой прочностью и твердостью при достаточной пластичности на изгиб и сжатие, высокой прочностью при растяжении, усталостной прочностью и т. д. Наиболее распространенным способом получения АМС является метод закалки из жидкого состояния (ЗЖС) [1–3]. Известно, что аморфное состояние в металлических сплавах можно получить также в ходе больших пластических деформаций: например, при кручении под высоким давлением (КВД) [4–6], аккумуляемой прокатке [7; 8] и др. [9–11] подходящих кристаллических сплавов. Однако не все сплавы легко переходят в аморфное состояние в ходе КВД: так, в работе [5] установлено, что в ходе КВД четырех различных кристаллических сплавов: $Ni_{50}Ti_{30}Hf_{20}$, $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$, $Zr_{50}Ni_{18}Ti_{17}Cu_{15}$ и $Fe_{78}V_{8.5}Si_9P_{4.5}$ – полностью аморфизуются только кристаллические сплавы на основе TiNi, которые, в отличие от других материалов, имеют одинаковый химический состав фаз как в аморфном, так и в кристаллическом состоянии [12]. Ранее в работе [13] стандартными рентгеновскими и электронно-микроскопическими методами были подробно исследованы стадии аморфизации кристаллического сплава Ti_2NiCu

в ходе КВД. Оказалось, что аморфная фаза зарождалась на границах кристаллических фрагментов. При продолжении деформации вокруг фрагментов образовывалась сетка из аморфных прослоек. Экспериментально установлено, что в ходе деформации сетка утолщалась и трансформировалась в массивную деформационно-индуцированную аморфную фазу, которая охватывала практически весь объем материала. Тем не менее в рамках этой работы локальная атомная структура, определяющая устройство аморфного материала, не исследовалась ни для исходной аморфной, ни для деформационно-индуцированной фазы. В литературе не так много экспериментальных работ, посвященных изучению особенностей локальной атомной структуры аморфных состояний. В частности, пока нет обоснованного ответа на вопрос, насколько идентичны локальные атомные структуры аморфных состояний одного и того же сплава, полученные различными способами: классическим методом ЗЖС и методом КВД.

Цель работы – комплексное изучение локальных атомных структур после ЗЖС и деформационно-индуцированных аморфных структур в сплаве Ti_2NiCu .

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЙ

Материалом для исследования был выбран аморфный сплав Ti_2NiCu , полученный методом ЗЖС

со скоростью закалки 10^6 К/с. Исходное аморфное состояние [14] было представлено в виде ленты толщиной 47 мкм, шириной 8 мм. Полученную аморфную ленту закристаллизовывали при нагреве 773 К, 30 мин. Кристаллический материал деформировали в ходе КВД при температуре 293 К до величины деформации, соответствующей $n=1/4, 1/2, 1, 2, 3, 4, 6, 7$ оборотам подвижной наковальни. Ранее [13] было показано, что механическое поведение исходно кристаллического сплава Ti_2NiCu (изменение величины момента кручения) при аналогичных величинах деформации соответствует показателям исходно аморфного ЗЖС материала, деформированного в тех же условиях.

Изменения структуры после снятия нагрузки исследовали методами рентгеноструктурного анализа (РСА) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Рентгенограммы получены на рентгеновском дифрактометре ДРОН-3М методом Брэгга – Брентано в пошаговом режиме с использованием графитового монохроматора на дифрагированном пучке в излучении $CoK\alpha$. Электронно-микроскопическое исследование проводили на просвечивающем электронном микроскопе JEM-1400 при ускоряющем напряжении 120 кВ. Образцы диаметром 3 мм для электронной микроскопии вырезали на середине радиуса деформированных образцов. Фольги для электронной микроскопии готовили на двухструйной полировочной машине «Тенупол-5» по стандартной методике при 50 В. Травление фольг ионами аргона проводили с использованием установки JEOL ION SLICER EM-09100, при напряжении 3 кВ и угле наклона 20° , продолжительность полировки составляла около 45 мин. Локальная атомная структура исследовалась методом EXAFS-спектроскопии на станции «Структурное материаловедение» Курчатковского источника синхротронного излучения [15] в режиме пропускания. Спектры поглощения измерялись вблизи K -краев поглощения Ni ($E=8333$ эВ) и Cu ($E=8979$ эВ) до значений им-

пульса фотоэлектрона 12 и 14 \AA^{-1} соответственно. Для улучшения статистики спектры на каждом образце были измерены от 2 до 6 раз, после чего спектры были усреднены. Деформированные образцы для съемки методом EXAFS-спектроскопии готовили в несколько этапов.

1. Для выделения наиболее аморфного участка проводили определение объемной доли кристаллической фазы ($V_{кр}$) с использованием рентгеновской дифракции с пространственным разрешением в 6 точках вдоль радиуса деформированного образца. Использовано синхротронное излучение с длиной волны $\lambda=0,688862 \text{ \AA}$ и с размером пучка $350 \times 350 \text{ мкм}^2$. Время экспозиции в точке – 10 мин.

2. Кристаллическая часть образца в центре диска была вырезана (рис. 1); полученную аморфную часть образца механически утоняли до толщины 30 мкм, после чего проводились измерения спектров поглощения рентгеновских лучей.

Обработка данных EXAFS-спектров выше K -краев поглощения Ni и Cu проведена с помощью пакета программ IFEFFIT [16]. Моделирование EXAFS-функций проводилось в гармоническом приближении в соответствии со стандартной формулой

$$\chi(k) = -S_0^2 \sum_n \frac{1}{kR_n^2} N_n |f_n(\pi, k)| \exp(-2k^2\sigma_n^2) \times \sin(2kR_n + 2\delta_l(k) + \varphi_n(\pi, k))$$

где N_n – координационное число; R_n – средний радиус n -й координационной сферы; σ_n^2 – среднеквадратичное отклонение межатомного расстояния от его среднего значения (фактор Дебая – Валлера). Амплитуды $f_n(\pi, k)$ и фазы обратного рассеяния $2\delta_l(k) + \varphi_n(\pi, k)$ рассчитывались с использованием программы FEFF-8.20 [17]. Масштабный множитель S_0^2 учитывает влияние многоэлектронных эффектов.

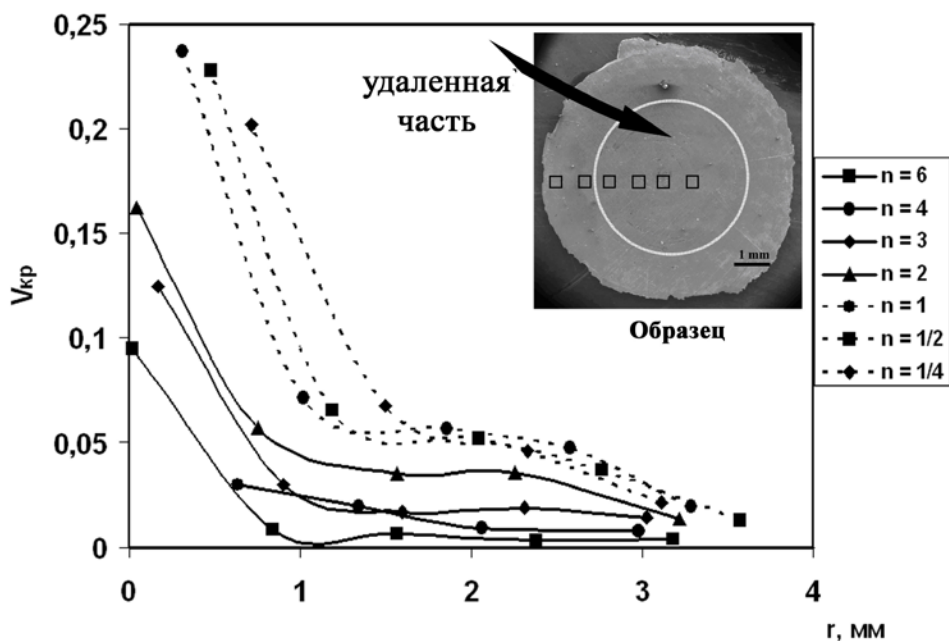


Рис. 1. Изменение $V_{кр}$ от расстояния от центра до края каждого образца после КВД; на врезке – изображение образца с указанием точек съемки дифрактограмм с пространственным разрешением

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Аморфная фаза в рамках стандартных методов исследования структуры РСА и ПЭМ (рис. 2) уверенно фиксируется в образцах после КВД $n=4$ и КВД $n=6$. На ПЭМ изображениях виден характерный для аморфного состояния абсорбционный контраст, связанный с флуктуациями плотности. Стандартные РСА исследования выявляют присущие аморфному состоянию размытые гало на рентгенограммах. Изменение $V_{кр}$ вдоль радиуса образца также подтверждает полную аморфизацию материала после КВД $n=4$ и КВД $n=6$ на краю образца (рис. 1). Эти образцы использовали для последующего изучения локальной атомной структуры аморфных состояний – деформационно-индуцированного состояния при КВД и состояния после ЗЖС.

Модель структуры сплава основана на кристаллической структуре В2 фазы [18]. Поскольку атомы Ni и Cu имеют одинаковую кристаллографическую позицию в структуре В2, мы использовали аналогичные модели локальной структуры. Исследовали две координационные сферы. Первая сфера включает 8 атомов Ti, а вторая сфера – 3 атома Ni и 3 атома Cu, которые изначально находятся на одинаковом расстоянии от возбужденного атома. Поскольку вторая сфера не полностью отделена в пространстве R от первой, то учет параметров второй сферы повышает точность определения параметров первой сферы – прежде всего расстояния.

Определяли следующие параметры: расстояние между атомами (R), фактор Дебая – Валлера (σ^2), масштабный множитель и сдвиг положения уровня Ферми относительно энергии края поглощения. Поскольку координационные числа N_n и масштабный множитель S_0^2 имеют единичную корреляцию, определить их независимо путем моделирования не представляется возможным без дополнительных ограничений.

Координационные числа имеют первостепенное значение для описания локальной структуры аморфного материала. Поэтому параметр S_0^2 для отожженного кристаллического образца того же состава использовался в качестве стандарта, а N_n для исследуемых образцов оценивался по формуле:

$$N_{sample} = N_{standard} \frac{S_{0sample}^2}{S_{0standard}^2},$$

где N_{sample} и $N_{standard}$ – координационные числа исследуемого образца и стандарта соответственно;

$S_{0sample}^2$ и $S_{0standard}^2$ – масштабные множители исследуемого образца и стандарта соответственно.

В таблице 1 представлены полученные параметры локальной атомной структуры, которые обнаруживают следующие тенденции.

1. Межатомные расстояния Cu-Ti и Ni-Ti незначительно увеличиваются после КВД при $n=4$ по сравнению с состоянием после ЗЖС, тогда как рост величины деформации до $n=6$ приводит к уменьшению межатомных расстояний Cu-Ti и Ni-Ti по сравнению с состоянием после ЗЖС. На рис. 3 это показано как сдвиг пика преобразования Фурье.

2. То же самое относится и к координационным числам.

3. Полученные данные выявляют разную степень упорядоченности окружения атомов Cu и Ni: большая степень беспорядка отмечается вокруг атома Ni (величина σ^2 в этом случае заметно выше).

Суммируя все описанные экспериментальные данные, можно утверждать, что возникающая в ходе КВД кристаллического сплава Ti_2NiCu и фиксируемая различными структурными методами аморфная фаза имеет различную локальную атомную структуру в зависимости от величины деформации. Локальная атомная структура уплотняется под действием значительных деформационных воздействий и становится более «упорядоченной» при деформации, соответствующей $n=6$, что может быть связано с протеканием в материале процессов, предшествующих кристаллизации. Такая последовательность процессов – структурная релаксация и последующее расстекловывание (кристаллизация) – обычно наблюдается в ходе нагрева аморфных сплавов [19–21]. В настоящем исследовании структурная релаксация деформационно-индуцированного аморфного состояния наблюдается непосредственно

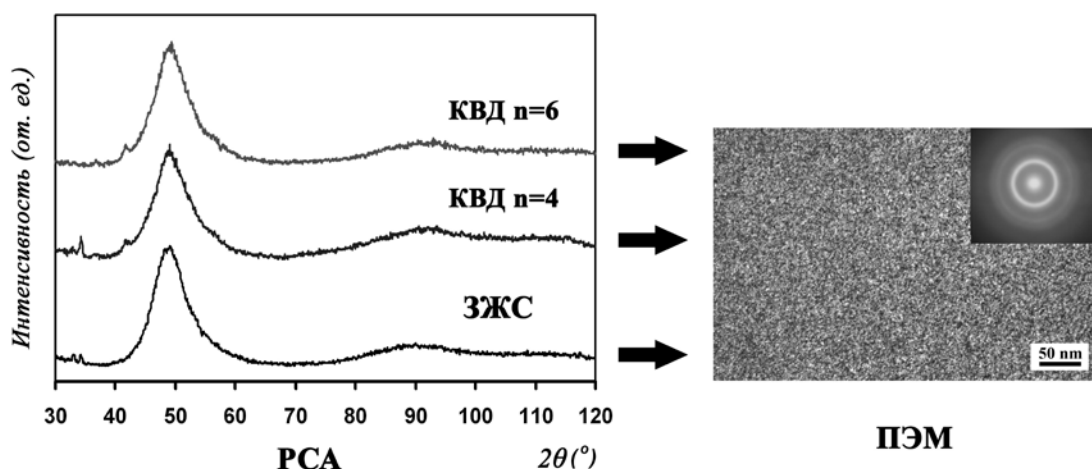


Рис. 2. Рентгенограммы сплава Ti_2NiCu , а также типичное темнопольное электронно-микроскопическое изображение структур сплавов в аморфном состоянии после ЗЖС и КВД и соответствующая микродифракция

Таблица 1. Характеристики координационных сфер для сплава Ti_2NiCu после ЗЖС и КВД при $n=4$ и при $n=6$, измеренные выше К-Ni К-Си краев

Образец	Первая координационная сфера			Вторая координационная сфера				
		N	$R, \text{Å}$	$\sigma^2 \cdot 10^{-3}, \text{Å}^2$		N	$R, \text{Å}$	$\sigma^2 \cdot 10^{-3}, \text{Å}^2$
выше края поглощения К-Си								
ЗЖС	Cu-Ti	5,84±0,8	2,531±0,008	8±1	Cu-Cu	2,2±0,3	3,374±0,127	23±20
					Cu-Ni	2,2±0,3	3,535±0,052	18±8
КВД $n=4$	Cu-Ti	5,17±1,5	2,547±0,026	8±4	Cu-Cu	1,9±0,6	3,054±0,101	13±13
					Cu-Ni	1,9±0,6	3,544±0,048	18±7
КВД $n=6$	Cu-Ti	5,4±1,5	2,524±0,027	7±4	Cu-Cu	2,0±0,6	3,280±0,6	30±90
					Cu-Ni	2,0±0,6	3,521±0,039	17±5
выше края поглощения К-Ni								
ЗЖС	Ni-Ti	6,44±1	2,529±0,011	12±2	Ni-Cu	2,4±0,4	3,536±0,052	18±8
					Ni-Ni	2,4±0,4	2,825±0,007	26±13
КВД $n=4$	Ni-Ti	6,48±1	2,534±0,008	13±1	Ni-Cu	2,4±0,4	3,544±0,048	18±7
					Ni-Ni	2,4±0,4	2,874±0,045	23±8
КВД $n=6$	Ni-Ti	5,9±0,6	2,517±0,009	11±1	Ni-Cu	2,2±0,2	3,521±0,038	17±5
					Ni-Ni	2,2±0,2	2,727±0,124	32±18

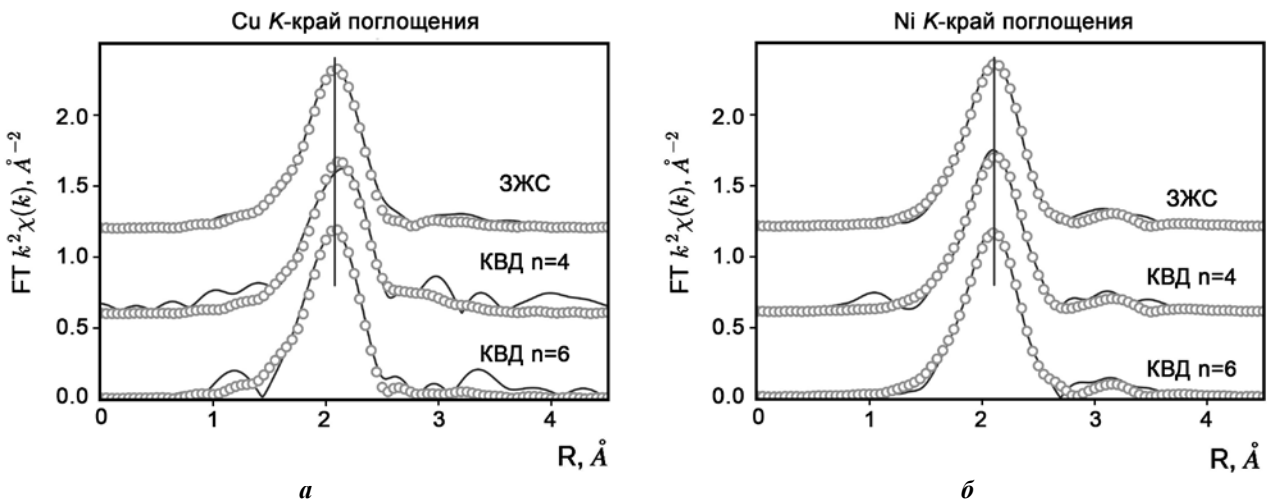


Рис. 3. Модули преобразования Фурье экспериментальных EXAFS-функций, измеренных выше края К-Си (а) и края К-Ni (б) образцов сплава Ti_2NiCu

в ходе КВД. Аналогичные изменения локального ближнего порядка аморфного состояния в ходе КВД были выявлены также EXAFS-методом при деформации аморфного сплава $Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$ при температурах 293 и 77 К [22]. В условиях одинаковых значений деформации сплав частично кристаллизовался при 293 К, при 77 К кристаллизация не наблюдалась, что естественно в условиях подавления диффузионных процессов при криогенных температурах, однако была отмечена тенденция к уплотнению локальной атомной структуры при 77 К. Сделан вывод об упорядочении локальной атомной структуры и формировании «идеального», расслабированного аморфного состояния в ходе деформации.

На основе вышесказанного следует заметить, что в условиях КВД как ЗЖС аморфная фаза ($Fe_{58}Ni_{25}B_{17}$), так и деформационно-индуцированная аморфная фаза (Ti_2NiCu) претерпевают структурную релаксацию.

ВЫВОДЫ

1. EXAFS-исследования локальной атомной структуры показали, что возникающая в ходе КВД кристаллического сплава Ti_2NiCu деформационно-индуцированная аморфная фаза не идентична аморфной фазе, полученной методом ЗЖС.
2. Локальная атомная структура аморфного состояния, полученная методом КВД, изменяется в зависимости

от величины деформации: она уплотняется и становится более совершенной под действием значительных деформационных воздействий в ходе КВД при комнатной температуре до $n=6$.

3. Как после ЗЖС, так и после КВД обнаружена различная степень ближнего порядка для окружения атомов Cu и Ni. Более высокая степень ближнего порядка имеет место вокруг атомов Cu.

Авторы выражают благодарность РНФ № 19-72-20066 за финансовую поддержку.

Статья подготовлена по материалам докладов участников IX Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2019) с элементами научной школы для молодежи, Тольятти, 9–13 сентября 2019 года.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Amorphous Metallic Alloys / ed. F.E. Luborsky. London: Elsevier Ltd., 1983. 496 p.
- Sowjanya M., Kishen Kumar Reddy T. Cooling wheel features and amorphous ribbon formation during planar flow melt spinning process // *Journal of Materials Processing Technology*. 2014. Vol. 214. № 9. P. 1861–1870.
- Masumoto T., Maddin R. Structural stability and mechanical properties of amorphous metals // *Materials Science and Engineering*. 1975. Vol. 19. № 1. P. 1–24.
- Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications // *Progress in Materials Science*. 2008. Vol. 53. № 6. P. 893–979.
- Sundeev R.V., Glezer A.M., Shalimova A.V. Crystalline to amorphous transition in solids upon high-pressure torsion // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 611. P. 292–296.
- Huang J.Y., Zhu Y.T., Liao X.Z., Valiev R.Z. Amorphization of TiNi induced by high-pressure torsion // *Philosophical Magazine Letters*. 2004. Vol. 84. № 3. P. 183–190.
- Li J.-T., Miao W.-D., Hu Y.-L., Zhen Y.-J., Cui L.-S. Amorphization and crystallization characteristics of Ti-Ni shape memory alloys by severe plastic deformation // *Frontiers of Materials Science in China*. 2009. Vol. 3. № 3. P. 325–328.
- Nakayama H., Tsuchiya K.K., Umemoto M. Crystal refinement and amorphization by cold rolling in TiNi shape memory alloys // *Scripta Materialia*. 2001. Vol. 44. № 8-9. P. 1781–1785.
- Zhang F.X., Wang W.K. Amorphization of Al-Cu-Fe quasicrystalline alloys by mechanical milling // *Journal of Alloys and Compounds*. 1996. Vol. 240. № 1-2. P. 256–260.
- Tatyanin E.V., Kurdjumov V.G. Nucleation of the deformation induced amorphous phase at twin boundaries in TiNi alloy // *Physica Status Solidi (A)*. 1990. Vol. 121. № 2. P. 455–459.
- Zeldovich V.I., Frolova N.Yu., Pilyugin V.P., Gundyrev V.M., Patselov A.M. Formation of amorphous structure in titanium nickelide under plastic deformation // *Physics of Metals and Metallography*. 2005. Vol. 99. № 4. P. 425–434.
- Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., Rizakhanov R.N., Ashmarin A.A. Forming the two-way shape memory effect in TiNiCu alloy via melt spinning // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*. 2015. Vol. 79. № 9. P. 1134–1140.
- Sundeev R.V., Shalimova A.V., Glezer A.M., Pechina E.A., Gorshenkov M.V., Nosova G.I. In situ observation of the “crystalline \Rightarrow amorphous state” phase transformation in Ti₂NiCu upon high-pressure torsion // *Materials Science and Engineering A*. 2017. Vol. 679. P. 1–6.
- Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., Korneev A.A., Rizakhanov R.N., Sokolova N.A. Fabrication and characterization of amorphous-crystalline TiNiCu melt-spun ribbons // *Journal of Alloys and Compounds*. 2013. Vol. 577. P. 251–254.
- Chernyshov A.A., Veligzhanin A.A., Zubavichus Y.V. Structural materials science end-station at the Kurchatov Synchrotron Radiation Source: Recent instrumentation upgrades and experimental results // *Nuclear Instruments Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*. 2009. Vol. 603. № 1-2. P. 95–98.
- Ravel B., Newville M. ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: data analysis for X-ray absorption spectroscopy using IFEFFIT // *Journal of Synchrotron Radiation*. 2005. Vol. 12. № 4. P. 537–541.
- Ankudinov A.L., Ravel B., Rehr J.J., Conradson S.D. Real-space multiple-scattering calculation and interpretation of x-ray-absorption near-edge structure // *Physical Review B*. 1998. Vol. 58. № 12. P. 7565–7576.
- Sitepu H. Texture and structural refinement using neutron diffraction data from molybdenite (MoO₃) and calcite (CaCO₃) powders and a Ni-rich Ni_{50.7}Ti_{49.30} alloy // *Powder Diffraction*. 2009. Vol. 24. № 4. P. 315–326.
- Zhang T., Inoue A. Density, thermal stability and mechanical properties of Zr-Ti-Al-Cu-Ni bulk amorphous alloys with high Al plus Ti concentrations // *Materials Transactions, JIM*. 1998. Vol. 39. № 8. P. 857–862.
- Louzguine-Luzgin D.V. Vitrification and devitrification processes in metallic glasses // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 586. № Suppl. 1. P. 2–8.
- Louzguine-Luzgin D.V., Seki I., Wada T., Inoue A. Structural relaxation, glass transition, viscous formability, and crystallization of Zr-Cu-based bulk metallic glasses on heating // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2012. Vol. 43. P. 2642–2648.
- Sundeev R.V., Glezer A.M., Menushenkov A.P., Shalimova A.V., Chernysheva O.V., Umnova N.V. Effect of high pressure torsion at different temperatures on the local atomic structure of amorphous Fe-Ni-B alloys // *Materials and Design*. 2017. Vol. 135. P. 77–83.

REFERENCES

- Luborsky F.E., eds. *Amorphous Metallic Alloys*. London, Elsevier Ltd., 1983. 496 p.
- Sowjanya M., Kishen Kumar Reddy T. Cooling wheel features and amorphous ribbon formation during planar flow melt spinning process. *Journal of Materials Processing Technology*, 2014, vol. 214, no. 9, pp. 1861–1870.
- Masumoto T., Maddin R. Structural stability and mechanical properties of amorphous metals. *Materials Science and Engineering*, 1975, vol. 19, no. 1, pp. 1–24.
- Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications.

- Progress in Materials Science*, 2008, vol. 53, no. 6, pp. 893–979.
5. Sundeev R.V., Glezer A.M., Shalimova A.V. Crystalline to amorphous transition in solids upon high-pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 611, pp. 292–296.
 6. Huang J.Y., Zhu Y.T., Liao X.Z., Valiev R.Z. Amorphization of TiNi induced by high-pressure torsion. *Philosophical Magazine Letters*, 2004, vol. 84, no. 3, pp. 183–190.
 7. Li J.-T., Miao W.-D., Hu Y.-L., Zhen Y.-J., Cui L.-S. Amorphization and crystallization characteristics of TiNi shape memory alloys by severe plastic deformation. *Frontiers of Materials Science in China*, 2009, vol. 3, no. 3, pp. 325–328.
 8. Nakayma H., Tsuchiya K.K., Umemoto M. Crystal refinement and amorphization by cold rolling in TiNi shape memory alloys. *Scripta Materialia*, 2001, vol. 44, no. 8-9, pp. 1781–1785.
 9. Zhang F.X., Wang W.K. Amorphization of Al-Cu-Fe quasicrystalline alloys by mechanical milling. *Journal of Alloys and Compounds*, 1996, vol. 240, no. 1-2, pp. 256–260.
 10. Tatyani E.V., Kurdjumov V.G. Nucleation of the deformation induced amorphous phase at twin boundaries in TiNi alloy. *Physica Status Solidi (A)*, 1990, vol. 121, no. 2, pp. 455–459.
 11. Zeldovich V.I., Frolova N.Yu., Pilyugin V.P., Gundyrev V.M., Patselov A.M. Formation of amorphous structure in titanium nickelide under plastic deformation. *Physics of Metals and Metallography*, 2005, vol. 99, no. 4, pp. 425–434.
 12. Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., Rizakhanov R.N., Ashmarin A.A. Forming the two-way shape memory effect in TiNiCu alloy via melt spinning. *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics*, 2015, vol. 79, no. 9, pp. 1134–1140.
 13. Sundeev R.V., Shalimova A.V., Glezer A.M., Pechina E.A., Gorshenkov M.V., Nosova G.I. In situ observation of the “crystalline \Rightarrow amorphous state” phase transformation in Ti₂NiCu upon high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*, 2017, vol. 679, pp. 1–6.
 14. Shelyakov A.V., Sitnikov N.N., Menushenkov A.P., Korneev A.A., Rizakhanov R.N., Sokolova N.A. Fabrication and characterization of amorphous–crystalline TiNiCu melt-spun ribbons. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, vol. 577, pp. 251–254.
 15. Chernyshov A.A., Veligzhanin A.A., Zubavichus Y.V. Structural materials science end-station at the Kurchatov Synchrotron Radiation Source: Recent instrumentation upgrades and experimental results. *Nuclear Instruments Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, 2009, vol. 603, no. 1-2, pp. 95–98.
 16. Ravel B., Newville M. ATHENA, ARTEMIS, HEPHAESTUS: data analysis for X-ray absorption spectroscopy using IFEFFIT. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2005, vol. 12, no. 4, pp. 537–541.
 17. Ankudinov A.L., Ravel B., Rehr J.J., Conradson S.D. Real-space multiple-scattering calculation and interpretation of x-ray-absorption near-edge structure. *Physical Review B*, 1998, vol. 58, no. 12, pp. 7565–7576.
 18. Sitepu H. Texture and structural refinement using neutron diffraction data from molybdate (MoO₃) and calcite (CaCO₃) powders and a Ni-rich Ni_{50.7}Ti_{49.30} alloy. *Powder Diffraction*, 2009, vol. 24, no. 4, pp. 315–326.
 19. Zhang T., Inoue A. Density, thermal stability and mechanical properties of Zr–Ti–Al–Cu–Ni bulk amorphous alloys with high Al plus Ti concentrations. *Materials Transactions, JIM*, 1998, vol. 39, no. 8, pp. 857–862.
 20. Louzguine-Luzgin D.V. Vitrification and devitrification processes in metallic glasses. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 586, no. Suppl. 1, pp. 2–8.
 21. Louzguine-Luzgin D.V., Seki I., Wada T., Inoue A. Structural relaxation, glass transition, viscous formability, and crystallization of Zr-Cu-based bulk metallic glasses on heating. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2012, vol. 43, pp. 2642–2648.
 22. Sundeev R.V., Glezer A.M., Menushenkov A.P., Shalimova A.V., Chernysheva O.V., Umnova N.V. Effect of high pressure torsion at different temperatures on the local atomic structure of amorphous Fe-Ni-B alloys. *Materials and Design*, 2017, vol. 135, pp. 77–83.

**DIFFERENCES IN THE LOCAL ATOMIC STRUCTURE OF THE AMORPHOUS Ti_2NiCu ALLOYS
PRODUCED BY MELT QUENCHING AND LARGE PLASTIC DEFORMATIONS**

© 2019

R.V. Sundeev, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher
A.V. Shalimova, PhD (Physics and Mathematics), leading researcher
I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy, Moscow (Russia)
A.M. Glezer, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, chief researcher
National University of Science and Technology "MISIS", Moscow (Russia)
A.A. Veligzhanin, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher
National Research Center "Kurchatov Institute", Moscow (Russia)

Keywords: amorphous state; melt quenching; large plastic deformation; high pressure torsion; phase transformation; amorphization.

Abstract: At present, systematic studies of structural regularities inherent in metallic materials in the process of large plastic deformations are actively proceeding. In particular, by high-pressure torsion, the authors obtained many interesting and important results. It is known, that some alloys and intermetallic compounds during the high-pressure torsion change from a crystalline to an amorphous state. However, in the literature, there is no answer to the issue of similarity or difference in the local structure of amorphous states of the same alloy produced by various methods (after melt quenching and high-pressure torsion).

In the paper, using the EXAFS spectroscopy, X-ray diffraction analysis, and transmission electron microscopy, the authors studied the local atomic structure of the amorphous Ti_2NiCu alloy produced by melt quenching and high-pressure torsion. It is shown that the local atomic structure of the amorphous phases produced by melt quenching and high-pressure torsion is not identical. The amorphous structure of the Ti_2NiCu alloy produced by the high-pressure torsion compresses and becomes improved under the action of significant deformation effects as the strain increases at room temperature to $n=6$. The authors identified that the radii of the first coordination spheres of pairs of atoms of the Cu-Ti and Ni-Ti types, as well as the corresponding coordination numbers, depend on both the method of obtaining the amorphous state and the value of high-pressure torsion. The interatomic Cu-Ti and Ni-Ti distances slightly increase after high-pressure torsion at $n=4$ compared to the state after melt quenching. The increase in the strain up to $n=6$ causes the decrease in the interatomic Cu-Ti and Ni-Ti distances as compared to the state after melt quenching.

НАШИ АВТОРЫ

Абросимова Галина Евгеньевна, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник.
Адрес: Институт физики твердого тела Российской академии наук, 142432, Россия, Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2.
Тел.: (496) 52-84-62
E-mail: gea@issp.ac.ru

Аронин Александр Семенович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией Структурных исследований.
Адрес: Институт физики твердого тела Российской академии наук, 142432, Россия, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2.
Тел.: (496) 522-46-89
E-mail: aronin@issp.ac.ru

Борисов Николай Александрович, студент.
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
Тел.: +7 917 967-59-17
E-mail: Nick_mental_b@mail.ru

Велигжанин Алексей Александрович, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник.
Адрес: Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», 123182, Россия, г. Москва, пл. Академика Курчатова, 1.
Тел.: (499) 196-71-00
E-mail: alexey.veligzhanin@gmail.com

Венедиктов Анатолий Николаевич, кандидат технических наук.
Адрес: Тюменский индустриальный университет, 625000, Россия, г. Тюмень, ул. Володарского, 38.
Тел.: +7 904 490-29-20
E-mail: annattoliy@gmail.com

Венедиктов Николай Леонидович, кандидат технических наук, доцент.
Адрес: Тюменский индустриальный университет, 625000, Россия, г. Тюмень, ул. Володарского, 38.
E-mail: venediktovan@tyuiu.ru

Волков Никита Андреевич, аспирант, младший научный сотрудник.
Адрес: Институт физики твердого тела Российской академии наук, 142432, Россия, Московская область, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2.
Тел.: (496) 52-84-14
E-mail: volkov@issp.ac.ru

Ворочаева Людмила Юрьевна, кандидат технических наук, доцент кафедры механики, мехатроники и робототехники.
Адрес: Юго-Западный государственный университет, 305040, Россия, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.
Тел.: 8 908 122-77-98
E-mail: mila180888@yandex.ru

Гилев Михаил Васильевич, кандидат медицинских наук, доцент, доцент кафедры «Оперативная хирургия и топографическая анатомия», заведующий лабораторией «Медицинское материаловедение и биокерамика».
Адрес 1: Уральский государственный медицинский университет, 620028, Россия, г. Екатеринбург, ул. Репина, 3.
Адрес 2: Институт высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук, 620990, Россия, г. Екатеринбург, ул. Академическая, 20.
Тел.: +7 922 222-94-55
E-mail: dmitry.zaytsev@urfu.ru

Глезер Александр Маркович, доктор физико-математических наук, профессор, главный научный сотрудник.
Адрес: Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4.
Тел.: (495) 777-93-01
E-mail: a.glezer@mail.ru

Дрозденко Александра Алексеевна, аспирант, младший научный сотрудник лаборатории Структурных исследований.
 Адрес: Институт физики твердого тела Российской академии наук, 142432, Россия, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2.
 Тел.: (496) 522-84-66
 E-mail: al_krylova@issp.ac.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.
 Тел.: (8343) 378-36-73
 E-mail: egorova@imp.uran.ru

Зайцев Дмитрий Викторович, доктор физико-математических наук, доцент кафедры «Физика конденсированного состояния и наноразмерных систем», ведущий научный сотрудник лаборатории «Медицинское материаловедение и биокерамика».
 Адрес 1: Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002, Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19.
 Адрес 2: Институт высокотемпературной электрохимии Уральского отделения Российской академии наук, 620990, Россия, г. Екатеринбург, ул. Академическая, 20.
 Тел.: +7 922 222-94-55
 E-mail: dmitry.zaytsev@urfu.ru

Измоленова Мария Юрьевна, студент педиатрического факультета.
 Адрес: Уральский государственный медицинский университет, 620028, Россия, г. Екатеринбург, ул. Репина, 3.
 Тел.: +7 922 222-94-55
 E-mail: dmitry.zaytsev@urfu.ru

Кудря Александр Викторович, доктор технических наук, профессор кафедры металловедения и физики прочности.
 Адрес: Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4.
 E-mail: perevitayr@mail.ru

Макаров Алексей Викторович, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств.
 Адрес 1: Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.
 Адрес 2: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 18.
 Тел.: (343) 378-36-40
 E-mail: avm@imp.uran.ru

Матвеев Данила Викторович, кандидат физико-математических наук, доцент, старший научный сотрудник лаборатории Структурных исследований.
 Адрес: Институт физики твердого тела Российской академии наук, 142432, Россия, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2.
 Тел.: (496) 522-84-47
 E-mail: matveev@issp.ac.ru

Меньшаков Андрей Игоревич, кандидат технических наук, научный сотрудник.
 Адрес: Институт электрофизики Уральского отделения Российской академии наук, 620016, Россия, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 106.
 Тел.: (343) 267-88-29
 E-mail: menshakovandrey@mail.ru

Нго Нгок Ха, аспирант кафедры металловедения и физики прочности.
 Адрес: Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4.
 E-mail: perevitayr@mail.ru

Осинцева Алевтина Леонтьевна, кандидат технических наук, старший научный сотрудник.
 Адрес: Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.
 Тел.: (343) 362-30-33
 E-mail: osintseva@imach.uran.ru

Панфилов Глеб Петрович, магистрант кафедры «Физика конденсированного состояния и наноразмерных систем».
Адрес: Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002, Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19.
Тел.: +7 922 222-94-55
E-mail: dmitry.zaytsev@urfu.ru

Пережогин Виталий Юрьевич, аспирант кафедры металловедения и физики прочности.
Адрес: Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4.
E-mail: perevitayr@mail.ru

Першина Елена Андреевна, кандидат физико-математических наук, научный сотрудник лаборатории Структурных исследований.
Адрес: Институт физики твердого тела Российской академии наук, 142432, Россия, г. Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 2.
Тел.: (496) 522-84-47
E-mail: squirrel_red@mail.ru

Родионов Дмитрий Петрович, доктор физико-математических наук, главный научный сотрудник.
Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, 620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.
Тел.: (8343) 378-37-13
E-mail: Teona_S@imp.uran.ru

Савин Сергей Игоревич, кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории мехатроники, управления и прототипирования.
Адрес: Университет Иннополис, 420500, Россия, г. Иннополис, ул. Университетская, 1.
Тел.: 8 951 323-14-11
E-mail: s.savin@innopolis.ru

Сидоров Владимир Петрович, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы».
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
Тел.: (8482) 53-92-25
E-mail: vladimir.sidorov.2012@list.ru

Скорынина Полина Андреевна, младший научный сотрудник.
Адрес: Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук, 620049, Россия, г. Екатеринбург, ул. Комсомольская, 34.
Тел.: (343) 362-30-33
E-mail: polina.skorynina@mail.ru

Советкин Дмитрий Эдуардович, преподаватель кафедры «Сварка, обработка материалов давлением и родственные процессы».
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.
Тел.: +7 927 777-54-55
E-mail: mitya.sovetskin@yandex.ru

Соколовская Элина Александровна, кандидат технических наук, доцент кафедры металловедения и физики прочности.
Адрес: Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4.
E-mail: perevitayr@mail.ru

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.
Тел.: (8343) 378-35-55
E-mail: Teona_S@imp.uran.ru

Сундеев Роман Вячеславович, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник.
Адрес: Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина, 105005, Россия, г. Москва, ул. Радио 23/9, стр. 2.
Тел.: (495) 777-93-01
E-mail: sundeev55@yandex.ru

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.

Тел.: (8343) 378-35-55

E-mail: yulia_kh@imp.uran.ru

Чалина Марина Андреевна, аспирант.

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

Тел.: (343) 378-38-79

E-mail: marunechka93@mail.ru

Шалимова Анна Владимировна, кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник.

Адрес: Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина, 105005, Россия, г. Москва, ул. Радио 23/9, стр. 2.

Тел.: (495) 777-93-01

E-mail: shalimanna@yandex.ru

OUR AUTHORS

Abrosimova Galina Evgenievna, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), chief researcher.

Address: Institute of Solid State Physics of Russian Academy of Sciences, 142432, Russia, Moscow region, Chernogolovka, Academician Ossipyan Street, 2.

Tel.: (496) 52-84-62

E-mail: gea@issp.ac.ru

Aronin Aleksandr Semenovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Head of the Laboratory of Structural Research.

Address: Institute of Solid State Physics of Russian Academy of Sciences, 142432, Russia, Moscow District, Chernogolovka, Academician Ossipyan Street, 2.

Tel.: (496) 522-46-89

E-mail: aronin@issp.ac.ru

Borisov Nikolay Aleksandrovich, student.

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.

Tel.: +7 917 967-59-17

E-mail: Nick_mental_b@mail.ru

Chalina Marina Andreevna, postgraduate student.

Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620990, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskaya Street, 18.

Tel.: (343) 378-38-79

E-mail: marunechka93@mail.ru

Drozdenco Aleksandra Alekseevna, postgraduate student, junior researcher of the Laboratory of Structural Research.

Address: Institute of Solid State Physics of Russian Academy of Sciences, 142432, Russia, Moscow District, Chernogolovka, Academician Ossipyan Street, 2.

Tel.: (496) 522-84-66

E-mail: al_krylova@issp.ac.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, Yekaterinburg, Sofya Kovalevskaya Street, 18.

Tel.: (8343) 378-36-73

E-mail: egorova@imp.uran.ru

Gilev Mikhail Vasilievich, PhD (Medicine), Associate Professor, assistant professor of Chair "Operative Surgery and Topographic Anatomy", Head of laboratory "Medical Materials Science and Bioceramics".

Address 1: Ural State Medical University, 620028, Russia, Yekaterinburg, Repin Street, 3.

Address 2: Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620137, Russia, Yekaterinburg, Akademicheskaya Street, 20.

Tel.: +7 922 222-94-55

E-mail: dmitry.zaytsev@urfu.ru

Glezer Aleksandr Markovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, chief researcher.

Address: National University of Science and Technology "MISIS", 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospect, 4.

Tel.: (495) 777-93-01

E-mail: a.glezer@mail.ru

Izmodenova Maria Yurievna, student of Pediatrics Faculty.

Address: Ural State Medical University, 620028, Russia, Yekaterinburg, Repin Street, 3.

Tel.: +7 922 222-94-55

E-mail: dmitry.zaytsev@urfu.ru

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, Yekaterinburg, Sofya Kovalevskaya Street, 18.

Tel.: (8343) 378-35-55

E-mail: yulia_kh@imp.uran.ru

Kudrya Aleksandr Viktorovich, Doctor of Sciences (Engineering), professor of Chair of Metal Science and Strength Physics.

Address: National University of Science and Technology “MISIS”, 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospect, 4.

E-mail: perevitayr@mail.ru

Makarov Aleksey Viktorovich, Corresponding Member of RAS, Doctor of Sciences (Engineering), Head of Materials Science Department, Head of the Laboratory of Mechanical Properties.

Address 1: Institute of Engineering Science of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.

Address 2: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620990, Russia, Yekaterinburg, S. Kovalevskaya Street, 18.

Tel.: (343) 378-36-40

E-mail: avm@imp.uran.ru

Matveev Danila Viktorovich, PhD (Physics and Mathematics), Associate Professor, senior researcher of the Laboratory of Structural Research.

Address: Institute of Solid State Physics of Russian Academy of Sciences, 142432, Russia, Moscow District, Chernogolovka, Academician Ossipyan Street, 2.

Tel.: (496) 522-84-47

E-mail: matveev@issp.ac.ru

Menshakov Andrey Igorevich, PhD (Engineering), researcher.

Address: Institute of Electrophysics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620016, Russia, Yekaterinburg, Amundsen Street, 106.

Tel.: (343) 267-88-29

E-mail: menshakovandrey@mail.ru

Ngo Ngoc Ha, postgraduate student of Chair of Metal Science and Strength Physics.

Address: National University of Science and Technology “MISIS”, 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospect, 4.

E-mail: perevitayr@mail.ru

Osintseva Alevtina Leontievna, PhD (Engineering), senior researcher.

Address: Institute of Engineering Science of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.

Tel.: (343) 362-30-33

E-mail: osintseva@imach.uran.ru

Panfilov Gleb Petrovich, graduate student of Chair “Physics of Condensed Matter and Nanosized Systems”.

Address: Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, 620002, Russia, Yekaterinburg, Mira Street, 19.

Tel.: +7 922 222-94-55

E-mail: dmitry.zaytsev@urfu.ru

Perezhogin Vitaly Yurievich, postgraduate student of Chair of Metal Science and Strength Physics.

Address: National University of Science and Technology “MISIS”, 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospect, 4.

E-mail: perevitayr@mail.ru

Pershina Elena Andreevna, PhD (Physics and Mathematics), researcher of the Laboratory of Structural Research.

Address: Institute of Solid State Physics of Russian Academy of Sciences, 142432, Russia, Moscow District, Chernogolovka, Academician Ossipyan Street, 2.

Tel.: (496) 522-84-47

E-mail: squirrel_red@mail.ru

Rodionov Dmitry Petrovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), chief researcher.

Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 620108, Russia, Yekaterinburg, Sofya Kovalevskaya Street, 18.

Tel.: (8343) 378-37-13

E-mail: Teona_S@imp.uran.ru

Savin Sergey Igorevich, PhD (Engineering), senior researcher of the Laboratory of Mechatronics, Control and Prototyping.

Address: Innopolis University, 420500, Russia, Innopolis, Universitetskaya Street, 1.

Tel.: 8 951 323-14-11

E-mail: s.savin@innopolis.ru

Shalimova Anna Vladimirovna, PhD (Physics and Mathematics), leading researcher.

Address: I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy, 105005, Russia, Moscow, Radio Street, 23/9, building 2.

Tel.: (495) 777-93-01

E-mail: shalimanna@yandex.ru

Sidorov Vladimir Petrovich, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, professor of Chair “Welding, Material Pressure Processing and Allied Processes”.

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.

Tel.: (8482) 53-92-25

E-mail: vladimir.sidorov.2012@list.ru

Skorynina Polina Andreevna, junior researcher.

Address: Institute of Engineering Science of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620049, Russia, Yekaterinburg, Komsomolskaya Street, 34.

Tel.: (343) 362-30-33

E-mail: polina.skorynina@mail.ru

Sokolovskaya Elina Aleksandrovna, PhD (Engineering), assistant professor of Chair of Metal Science and Strength Physics.

Address: National University of Science and Technology “MISIS”, 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospect, 4.

E-mail: perevitayr@mail.ru

Sovetkin Dmitry Eduardovich, lecturer of Chair “Welding, Material Pressure Processing and Allied Processes”.

Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.

Tel.: +7 927 777-54-55

E-mail: mitya.sovetkin@yandex.ru

Suaridze Teona Romanievna, junior researcher.

Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, 620108, Russia, Yekaterinburg, Sofya Kovalevskaya Street, 18.

Tel.: (8343) 378-35-55

E-mail: Teona_S@imp.uran.ru

Sundeev Roman Vyacheslavovich, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher.

Address: I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy, 105005, Russia, Moscow, Radio Street, 23/9, building 2.

Tel.: (495) 777-93-01

E-mail: sundeev55@yandex.ru

Veligzhanin Aleksey Aleksandrovich, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher.

Address: National Research Center “Kurchatov Institute”, 123182, Russia, Moscow, Academician Kurchatov Square, 1.

Tel.: (499) 196-71-00

E-mail: alexey.veligzhanin@gmail.com

Venediktov Anatoly Nikolaevich, PhD (Engineering).

Address: Tyumen Industrial University, 625000, Russia, Tyumen, Volodarskogo Street, 38.

Tel.: +7 904 490-29-20

E-mail: annattoliy@gmail.com

Venediktov Nikolay Leonidovich, PhD (Engineering), Associate Professor.

Address: Tyumen Industrial University, 625000, Russia, Tyumen, Volodarskogo Street, 38.

E-mail: venediktovan@tyuiu.ru

Volkov Nikita Andreevich, postgraduate student, junior researcher.

Address: Institute of Solid State Physics of Russian Academy of Sciences, 142432, Russia, Moscow region, Chernogolovka, Academician Ossipyan Street, 2.

Tel.: (496) 52-84-14

E-mail: volkov@issp.ac.ru

Vorocheva Lyudmila Yurievna, PhD (Engineering), assistant professor of Chair of Mechanics, Mechatronics and Robotics.

Address: Southwest State University, 305040, Russia, Kursk, 50 let Oktyabrya Street, 94.

Tel.: 8 908 122-77-98

E-mail: mila180888@yandex.ru

Zaytsev Dmitry Viktorovich, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), assistant professor of Chair “Physics of Condensed Matter and Nanosized Systems”, leading researcher of laboratory “Medical Materials Science and Bioceramics”.

Address 1: Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, 620002, Russia, Yekaterinburg, Mira Street, 19.

Address 2: Institute of High Temperature Electrochemistry of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 620137, Russia, Yekaterinburg, Akademicheskaya Street, 20.

Tel.: +7 922 222-94-55

E-mail: dmitry.zaytsev@urfu.ru