

# Frontier Materials & Technologies

Основан в 2008 г.

№ 1

2024

16+

Ежеквартальный  
научный журнал

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

*Главный редактор*

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

*Заместитель главного редактора по направлению  
«Металлургия и материаловедение»*

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

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

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

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

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

**Редакционная коллегия:**

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

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

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

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

**Герштейн Грегори**, д. т. н.

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

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

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

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

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

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

**Кузьмин Сергей Викторович**, член-корреспондент РАН, д. т. н., профессор

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

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

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

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

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

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

**Рубаник Василий Васильевич**, д. т. н.

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

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

**Табак Владимир Петрович**, д. т. н., профессор

**Шишков Владимир Александрович**, д. т. н.

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

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

Индексируется в Scopus. Включен в Перечень ВАК, ядро РИНЦ, DOAJ, «Белый список». Доступен в Crossref, Google Scholar.

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

Подписной индекс в каталоге «Пресса России»: 13088.

*Компьютерная верстка:*  
**Н.А. Никитенко**

*Ответственный/технический редактор:*  
**Н.А. Никитенко**

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

*Сайт:*  
<https://vektornaukitech.ru>

Подписано в печать  
29.03.2024.

Выход в свет 27.06.2024.

Формат 60×84 1/8.

Печать цифровая.

Усл. п. л. 14,2.

Тираж 30 экз. Заказ 3-135-24.

Цена свободная.



## СВЕДЕНИЯ О ЧЛЕНАХ РЕДКОЛЛЕГИИ

*Главный редактор*

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

Scopus AuthorID: [14634063100](#)

ResearcherID: [AAD-7707-2019](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7189-0002>

*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).

Scopus AuthorID: [6603449333](#)

ResearcherID: [M-7210-2016](#)

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

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

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

Scopus AuthorID: [6602779899](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9832-4753>

*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).

Scopus AuthorID: [36761987000](#)

ResearcherID: [B-4545-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7705-7377>

*Редакционная коллегия:*

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

Scopus AuthorID: [57189893110](#)

**Бржозовский Борис Максевич**, доктор технических наук, профессор главный научный сотрудник лаборатории теории механизмов и структуры машин (Институт машиноведения им. А.А. Благонравова РАН, Москва, Россия).

Scopus AuthorID: [55683317200](#)

**Виноградов Алексей Юрьевич**, доктор технических наук, кандидат физико-математических наук, профессор факультета механической и промышленной инженерии (Норвежский университет науки и технологии, Тронхейм, Норвегия).

Scopus AuthorID: [7402889776](#)

ResearcherID: [A-7175-2009](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9585-2801>

**Гаврюшин Сергей Сергеевич**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой «Компьютерные системы автоматизации производства», заведующий лабораторией компьютерных систем автоматизации производства и цифровых технологий (Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет), Москва, Россия; Институт машиноведения им. А.А. Благонравова Российской академии наук, Москва, Россия).

Scopus AuthorID: [6507067486](#)

ResearcherID: [AAT-8610-2020](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6547-1351>

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

Scopus AuthorID: [55001912200](#)

**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).

Scopus AuthorID: [6506174877](#)

ResearcherID: [P-2319-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3767-4004>

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

Scopus AuthorID: [36131150100](#)

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

Scopus AuthorID: [56037035400](#)

ResearcherID: [E-6090-2014](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6511-1228>

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

Scopus AuthorID: [7004130343](#)

ResearcherID: [Q-9288-2016](#)

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

Scopus AuthorID: [7004225554](#)

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

Scopus AuthorID: [6603628218](#)

**Кузьмин Сергей Викторович**, член-корреспондент РАН, доктор технических наук, профессор, первый проректор, профессор кафедры «Оборудование и технология сварочного производства» (Волгоградский государственный технический университет, Волгоград, Россия).

Scopus AuthorID: [57217278342](#)

ResearcherID: [I-7424-2012](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2802-8497>

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

Scopus AuthorID: [36889178900](#)

Scopus AuthorID: [57195590138](#)

ResearcherID: [D-5663-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2228-0643>

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

Scopus AuthorID: [7003520439](#)

ResearcherID: [B-3800-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0452-3816>

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

Scopus AuthorID: [6701720806](#)

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

Scopus AuthorID: [6602506825](#)

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

**Романов Алексей Евгеньевич**, доктор физико-математических наук, профессор Института перспективных систем передачи данных, руководитель научно-исследовательского центра перспективных функциональных материалов и лазерных коммуникационных систем (Национальный исследовательский университет ИТМО, Санкт-Петербург, Россия).

Scopus AuthorID: [7202768874](#)

**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).

Scopus AuthorID: [57215218253](#)

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

Scopus AuthorID: [6602638504](#)

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

Scopus AuthorID: [7003530245](#)

ResearcherID: [H-6740-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6143-0723>

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

Scopus AuthorID: [6701501345](#)

ResearcherID: [E-1832-2017](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2568-9401>

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

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

Scopus AuthorID: [7005031984](#)

## EDITORIAL BOARD INFORMATION

### *Editor-in-Chief*

**Mikhail M. Krishtal**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Rector (Togliatti State University, Togliatti, Russia).  
Scopus AuthorID: [14634063100](#)  
ResearcherID: [AAD-7707-2019](#)  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7189-0002>

### *Deputy Editor-in-Chief for Metallurgy and Materials Science*

**Dmitry L. Merson**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Director of the Research and Development Institute of Advanced Technologies (Togliatti State University, Togliatti, Russia).  
Scopus AuthorID: [6603449333](#)  
ResearcherID: [M-7210-2016](#)  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

### *Deputy Editor-in-Chief for Mechanical Engineering and Machine Science*

**Aleksandr P. Shaikin**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of Chair “Energy-Converting Machines and Control Systems” (Togliatti State University, Togliatti, Russia).  
Scopus AuthorID: [6602779899](#)  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9832-4753>

### *Deputy Editor-in-Chief for Welding and Allied Processes and Technologies*

**Aleksandr I. Kovtunov**, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor, Professor of Chair “Welding, Pressure Treatment of Materials and Allied Processes” (Togliatti State University, Togliatti, Russia).  
Scopus AuthorID: [36761987000](#)  
ResearcherID: [B-4545-2016](#)  
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7705-7377>

### *Editorial board:*

**Petr Yu. Bochkarev**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of Chair “Mechanical Engineering Technology and Applied Mechanics” (Kamyshin Technological Institute (Branch) of Volgograd State Technical University, Kamyshin, Russia), Professor of Chair “Technical Support of Agro-Industrial Complex” (Saratov State Vavilov Agrarian University, Saratov, Russia).  
Scopus AuthorID: [57189893110](#)

**Boris M. Brzhozovskiy**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, chief researcher of Laboratory of Theory of Mechanisms and Machine Structure (Institute of Machines Science named after A.A. Blagonravov of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia).  
Scopus AuthorID: [55683317200](#)

**Alexander F. Denisenko**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of Chair “Technology of Mechanical Engineering, Machines and Tools” (Samara State Technical University, Samara, Russia).

Scopus AuthorID: [36131150100](#)

**Yuri Z. Estrin**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Professor of Chair of Engineering Materials (Monash University, Melbourne, Australia).

Scopus AuthorID: [7005031984](#)

**Sergey S. Gavryushin**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of Chair “Computer Systems of Production Automation”, Head of the Theory & Machines Structure Laboratory (Bauman Moscow State Technical University, Moscow, Russia; Mechanical Engineering Research Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia).

Scopus AuthorID: [6507067486](#)

ResearcherID: [AAT-8610-2020](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6547-1351>

**Gregory Gerstein**, Doctor of Sciences (Engineering), Laboratory Head (Leibniz University Hannover, Hanover, Germany).

Scopus AuthorID: [55001912200](#)

**Fedor V. Grechnikov**, Academician of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of the Chair of Forming Processes (Samara National Research University, Samara, Russia).

Scopus AuthorID: [6506174877](#)

ResearcherID: [P-2319-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3767-4004>

**Mikhail I. Karpov**, Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of the Laboratory of Materials Science (Institute of Solid State Physics of the Russian Academy of Sciences, Chernogolovka, Russia).

Scopus AuthorID: [7004130343](#)

ResearcherID: [Q-9288-2016](#)

**Aleksandr V. Katsman**, PhD (Physics and Mathematics), Senior Research Associate (Technion – Israel Institute of Technology, Haifa, Israel).

Scopus AuthorID: [7004225554](#)

**Aleksandr A. Kazakov**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of Chair “Metallurgy and Casting Technologies”, Head of the Metallurgy Expertise Laboratory (Peter the Great Saint-Petersburg Polytechnic University, St. Petersburg, Russia).

Scopus AuthorID: [56037035400](#)

ResearcherID: [E-6090-2014](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6511-1228>

**Aleksandr V. Kudrya**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of Chair of Physical Metallurgy and Physics of Strength (National University of Science and Technology MISiS, Moscow, Russia).

Scopus AuthorID: [6603628218](#)

**Sergey V. Kuzmin**, Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, First Prorector, Professor of Chair “Equipment and Technology of Welding Production” (Volgograd State Technical University, Volgograd, Russia).

Scopus AuthorID: [57217278342](#)

ResearcherID: [I-7424-2012](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2802-8497>

**Aleksey V. Makarov**, Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Sciences (Engineering), Chief Research Associate, Head of Chair of Materials Science, Head of the Laboratory of Mechanical Properties (M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, Russia).

Scopus AuthorID: [36889178900](#)

Scopus AuthorID: [57195590138](#)

ResearcherID: [D-5663-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2228-0643>

**Radik R. Mulyukov**, Corresponding Member of the Russian Academy of Sciences, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Director (Institute for Metals Superplasticity Problems of the Russian Academy of Sciences, Ufa, Russia).

Scopus AuthorID: [7003520439](#)

ResearcherID: [B-3800-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0452-3816>

**Oleg B. Naimark**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Head of the Laboratory of Physical Foundations of Strength (Institute of Continuous Media Mechanics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, Perm, Russia).

Scopus AuthorID: [6701720806](#)

**Nikolay V. Nosov**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Professor of Chair “Technology of Mechanical Engineering, Machines and Tools” (Samara State Technical University, Samara, Russia).

Scopus AuthorID: [6602506825](#)

**Aleksandr V. Pilinsky**, PhD (Engineering), Associate Professor, MSME (Master of Science in Mechanical Engineering), Manager (Raymer Metals, Inc., Los Angeles, USA).

**Aleksey E. Romanov**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Professor of the Institute of Advanced Data Transfer Systems (ITMO University, St. Petersburg, Russia).

Scopus AuthorID: [7202768874](#)

**Vasili V. Rubanik**, Corresponding Member of the National Academy of Sciences of Belarus, Doctor of Sciences (Engineering), Head of the Laboratory of Metal Physics (Institute of Technical Acoustics of the National Academy of Sciences of Belarus, Vitebsk, Belarus).

Scopus AuthorID: [57215218253](#)

**Vladimir A. Shishkov**, Doctor of Sciences (Engineering), Head of the Technical Department (Palladio LLC, Togliatti, Russia).

**Rudolf N. Starobinski**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Scientific Consultant (Silencers. Consulting and Engineering, Hamburg, Germany).

Scopus AuthorID: [6602638504](#)

**Ramasubbu Sunder**, Fellow of the Indian Academy of Sciences, PhD (Engineering), Director (BISS (P) Ltd, Bangalore, India).

Scopus AuthorID: [7003530245](#)

ResearcherID: [H-6740-2016](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6143-0723>

**Vladimir P. Tabakov**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of Chair “Innovative Technologies in Mechanical Engineering” (Ulyanovsk State Technical University, Ulyanovsk, Russia).

Scopus AuthorID: [6701501345](#)

ResearcherID: [E-1832-2017](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2568-9401>

**Alexey Yu. Vinogradov**, Doctor of Sciences (Engineering), PhD (Physics and Mathematics), Professor, Professor of Faculty of Mechanical and Industrial Engineering (Norwegian University of Science and Technology, Trondheim, Norway).

Scopus AuthorID: [7402889776](#)

ResearcherID: [A-7175-2009](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9585-2801>

---

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>Изменение структуры, механических и коррозионных свойств сплава системы Mg–Zn–Zr, подвергнутого равноканальному угловому прессованию</b> Аксенов Д.А., Фахретдинова Э.И., Асфандияров Р.Н., Рааб А.Г., Шарипов А.Е., Шишкунова М.А., Сементеева Ю.Р. ....	9
<b>Низкотемпературная сверхпластическая деформация никелевого сплава ЭК79 с ультрамелкозернистой структурой смешанного типа</b> Галиева Э.В., Классман Е.Ю., Валитов В.А. ....	19
<b>Влияние гафния на высокомагниевого сплавы, легированные переходными металлами, при термической обработке</b> Зорин И.А., Арышенский Е.В., Кудрявцев Е.А., Дриц А.М., Коновалов С.В. ....	29
<b>Особенности эволюции микроструктуры при температурно-скоростном деформировании магниевого сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y</b> Кудашева К.К., Линдеров М.Л., Брилевский А.И., Данюк А.В., Ясников И.С., Мерсон Д.Л. ....	37
<b>Электроискровое модифицирование поверхности аддитивного сплава ВТ6 высокоэнтропийным и аморфным электродами</b> Муканов С.К., Логинов П.А., Петржик М.И., Левашов Е.А. ....	49
<b>Исследование температуры концевого фрезерования низколегированной стали в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состояниях</b> Расторгуев Д.А., Севастьянов А.А., Клевцов Г.В. ....	61
<b>О возможности локального измерения трещиностойкости конструкционных сталей с привязкой к структуре</b> Сергеев М.И., Погорелов Е.В., Дударев А.А., Соколовская Э.А., Кудря А.В. ....	71
<b>Влияние добавок карбида и боридов вольфрама на структуру и микротвердость эквивалентного CrFeNi-покрытия, сформированного короткоимпульсной лазерной наплавкой</b> Степченков А.К., Макаров А.В., Волкова Е.Г., Эстемирова С.Х., Харанжевский Е.В. ....	83
<b>Цифровые измерения неметаллических включений в стали</b> Стукалова Н.А., Кодиров Д.Ф., Алексеев В.И., Соколовская Э.А., Родионова И.Г. ....	95
<b>Влияние термической обработки на свойства композиционных материалов AMg2–10%TiC и AMg6–10%TiC, полученных методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза</b> Шерина Ю.В., Луц А.Р. ....	105
<b>НАШИ АВТОРЫ</b> .....	113

---

## CONTENT

<b>Changes in the structure, mechanical and corrosion properties of the Mg–Zn–Zr system alloy subjected to equal channel angular pressing</b> Aksenov D.A., Fakhretdinova E.I., Asfandiyarov R.N., Raab A.G., Sharipov A.E., Shishkunova M.A., Sementeeva Yu.R. ....	9
<b>Low-temperature superplastic deformation of the EK79 nickel-based superalloy with the mixed ultrafine-grained microstructure</b> Galieva E.V., Klassman E.Yu., Valitov V.A. ....	19
<b>The influence of hafnium on high-magnesium alloys doped with transition metals during heat treatment</b> Zorin I.A., Aryshenskiy E.V., Kudryavtsev E.A., Drits A.M., Konovalov S.V. ....	29
<b>Special aspects of the microstructure evolution at the temperature-speed deformation of a medical purpose magnesium alloy of the Mg–Zn–Y alloying system</b> Kudasheva K.K., Linderov M.L., Brilevskiy A.I., Danyuk A.V., Yasnikov I.S., Merson D.L. ....	37
<b>Electrospark modification of the surface of additive VT6 alloy with high-entropy and amorphous electrodes</b> Mukanov S.K., Loginov P.A., Petrzhik M.I., Levashov E.A. ....	49
<b>The study of end milling temperature of low-alloy steel in coarse-grained and ultrafine-grained states</b> Rastorguev D.A., Sevastyanov A.A., Klevtsov G.V. ....	61
<b>On the possibility of local measurement of crack resistance of structural steels taking into account the structure</b> Sergeyev M.I., Pogorelov E.V., Dudarev A.A., Sokolovskaya E.A., Kudrya A.V. ....	71
<b>The influence of tungsten carbide and boride additives on the structure and microhardness of CrFeNi equiatomic coating formed by short-pulse laser cladding</b> Stepchenkov A.K., Makarov A.V., Volkova E.G., Estemirova S.Kh., Kharanzhevskiy E.V. ....	83
<b>Digital measurements of non-metallic inclusions in steel</b> Stukalova N.A., Kodirov D.F., Alekseev V.I., Sokolovskaya E.A., Rodionova I.G. ....	95
<b>The study of the effect of heat treatment on the properties of the AMg2–10%TiC and AMg6–10%TiC composite materials produced by self-propagating high-temperature synthesis</b> Sherina Yu.V., Luts A.R. ....	105
<b>OUR AUTHORS</b> .....	113

## Изменение структуры, механических и коррозионных свойств сплава системы Mg–Zn–Zr, подвергнутого равноканальному угловому прессованию

© 2024

Аксенов Денис Алексеевич<sup>\*1,2,3</sup>, младший научный сотрудник  
Фахретдинова Эльвира Илдаровна<sup>1,2</sup>, кандидат технических наук, научный сотрудник  
Асфандияров Рашид Наилевич<sup>1,2,4</sup>, кандидат технических наук, научный сотрудник  
Рааб Арсений Георгиевич<sup>2,5</sup>, кандидат технических наук, научный сотрудник  
Шарипов Арсений Елисеевич<sup>2</sup>, магистрант  
Шишкунова Мария Андреевна<sup>2</sup>, аспирант  
Сементеева Юлия Рамилевна<sup>2</sup>, магистрант

<sup>1</sup>Институт физики молекул и кристаллов Уфимского федерального исследовательского центра РАН, Уфа (Россия)

<sup>2</sup>Уфимский университет науки и технологий, Уфа (Россия)

\*E-mail: aksyonovda@mail.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2652-2646>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5522-4314>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1993-413X>

Поступила в редакцию 05.06.2023

Принята к публикации 25.08.2023

**Аннотация:** Магниевого сплавы считаются перспективными материалами для изготовления биорезорбируемых имплантатов. Их основные недостатки – низкая прочность и коррозионная стойкость в биологических средах. В работе изучалось влияние интенсивной пластической деформации методом равноканального углового прессования (РКУП) на структуру, механические свойства и коррозионную стойкость магниевого сплава Mg–8,6Zn–1,2Zr. Установлено, что 1 цикл РКУП при 400 °С ведет к заметному упрочнению сплава Mg–8,6Zn–1,2Zr на ~10 %, до 330 МПа. Структурные исследования показали, что в трансформации структуры существенную роль играет динамическая рекристаллизация. РКУП ведет к формированию структуры бимодального вида с крупными деформированными зёрнами со средним поперечным размером 20±4 мкм и рекристаллизованными зёрнами со средним поперечным размером 6±2 мкм. Установлено, что с понижением температуры деформации до 250 °С происходит процесс деформационно-индуцированного распада пересыщенного твердого раствора. Электропроводность образца после РКУП при 400 °С составляла 29±2 % согласно International Annealed Copper Standard (IACS), в то время как 2 цикла РКУП при 250 °С ведут к повышению электропроводности до 32±2 % IACS. Методом электрохимической коррозии установлено, что 1 цикл РКУП при 400 °С приводит к незначительному снижению коррозионной стойкости исследуемого сплава по сравнению с исходным состоянием. Показано, что ток коррозии увеличивается с 24 до 32 мкА/см<sup>2</sup>, в то время как последующий цикл РКУП при 250 °С увеличивает ток коррозии более чем в 2 раза (до 57 мкА/см<sup>2</sup>).

**Ключевые слова:** сплавы системы Mg–Zn–Zr; Mg–8,6Zn–1,2Zr; магниевого сплавы; высокая прочность магниевого сплава; РКУП; коррозионная стойкость; электропроводность; динамическая рекристаллизация при РКУП.

**Благодарности:** Работа выполнена при поддержке Российского научного фонда (грант № 22-79-10325, <https://www.rscf.ru/project/22-79-10325/>).

Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Аксенов Д.А., Фахретдинова Э.И., Асфандияров Р.Н., Рааб А.Г., Шарипов А.Е., Шишкунова М.А., Сементеева Ю.Р. Изменение структуры, механических и коррозионных свойств сплава системы Mg–Zn–Zr, подвергнутого равноканальному угловому прессованию // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 9–17. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-1.

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время магниевого сплавы рассматриваются в качестве перспективных материалов для разработки и изготовления биодеградируемых имплантатов с целью использования в травматологии и хирургии [1–3]. Внимание на эти сплавы обратили неслучайно: магний обладает близким к человеческой кости модулем упругости, нетоксичен и биосовместим с организмом человека [4]. Однако для полноценного использования

данных материалов необходимо устранить ряд их недостатков, в первую очередь – увеличить прочностные характеристики. Одним из путей решения данной проблемы является легирование. Сам по себе магний имеет низкую способность к деформационному упрочнению, однако легирование позволяет повысить эффект упрочнения в процессе термомеханической обработки. В частности, можно выделить широко распространенные магниевого системы с цинком и цирконием. За счет твердорастворного упрочнения в системах Mg–Zn возрастает

прочность, а дополнительное легирование цирконием позволяет повысить пластичность [5–7]. Для магниевых сплавов широко распространены процессы многоциклового прокатки с понижением температуры [8]. В результате такой обработки получают изделия с высокой прочностью за счет формирования строчечной и частично рекристаллизованной структуры. Стоит заметить, что высокая протяженность границ деформированных зерен и высокая плотность дислокаций в этом случае могут негативно влиять на коррозионную стойкость магниевых сплавов [9–11].

Исследователи также обращали внимание на методы, основанные на принципах интенсивной пластической деформации. В [12–14] показано, что кручение под высоким давлением может приводить к более эффективному измельчению структуры магниевых материалов по сравнению с прокаткой, однако данный метод деформации не масштабируемый. Другим подходом является равноканальное угловое прессование (РКУП). Как правило, для достижения прочности выше 300 МПа проводится от 2 до 4 циклов деформационной обработки [15–17]. При этом установлен эффект проскальзывания по основной базисной плоскости, что снижает эффективность РКУП, а в ряде случаев даже приводит к разупрочнению материала при увеличении количества циклов деформации [18–20]. Однако термомеханическая обработка, включающая РКУП и проведенная по специальным технологическим режимам, может позволить достичь необходимого комплекса свойств.

Цель работы – установление влияния режима деформирования при равноканальном угловом прессовании (РКУП) на особенности формирования структурного состояния, коррозионную стойкость и механические характеристики сплава системы Mg–Zn–Zr.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала исследования был выбран магниевый сплав Mg–8,6Zn–1,2Zr (вес. %). Химический анализ проводился на рентгеновском флуоресцентном спектрометре Thermo Scientific ARL Optim'X. Материал в состоянии поставки – полоса толщиной 20 мм, из которой на искорезном стане АРТА-120 были вырезаны образцы диаметром 20 мм и длиной 100 мм вдоль направления прокатки.

За исходное принято состояние после длительного отжига при 400 °С в течение 24 ч. Режим был выбран исходя из литературных данных [21–23] и диаграмм состояния систем Mg–Zn и Mg–Zr. Отжиг проводился в воздушной среде в печи Snol 8.2/1000 с охлаждением на воздухе.

Деформационная обработка методом РКУП проводилась по 2 режимам.

1. Начальная температура оснастки и заготовок 400 °С, угол пересечения каналов 120°, скорость деформирования 1 мм/с, 1 цикл.

2. Обработка по режиму 1, далее 1 цикл РКУП по маршруту Вс (заготовка была повернута на 90° относительно продольной оси) при начальной температуре оснастки и заготовок в 250 °С, угол пересечения каналов 90°, скорость деформирования 1 мм/с, в медной оболочке толщиной 1,5 мм.

Структурные исследования выполнялись при помощи светового микроскопа Olympus GX51 и растрового электронного микроскопа JSM6490.

Механические испытания проводились в соответствии с ГОСТ 1497-84. Для испытаний на растяжение использовали пропорциональные цилиндрические образцы с диаметром рабочей части 3 мм и начальной расчетной длиной 15 мм. Испытания проводились на электромеханической измерительной системе для проведения статических испытаний Instron 5982 при комнатной температуре со скоростью 1 мм/мин.

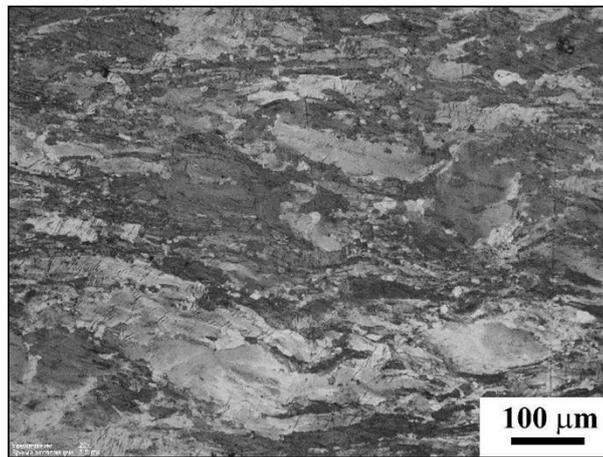
Электропроводность определяли с помощью вихретокового измерителя ВЭ-27НЦ, переводя полученные значения в IACS (International Annealed Copper Standard).

Электрохимические коррозионные испытания проводились с помощью потенциостата-гальваностата-импедансметра Элинс Р-5Х в растворе Рингера с pH=7,4 в трехэлектродной ячейке объемом 80 мл с хлоридсеребряным электродом сравнения и платиновым противоз электродом. Испытания проводили при температуре 37 °С в течение 12 ч, при этом в течение первых 2 ч измерялся электродный потенциал свободной коррозии до установления стационарного состояния на поверхности образца. Для получения поляризационных кривых после установления стационарного состояния выполнялась развертка потенциала в диапазоне от –300 до +300 мВ относительно установившегося значения электродного потенциала со скоростью сканирования 0,25 мВ/с. Ток и потенциал коррозии вычислялись из поляризационных кривых по tafelевским участкам [24].

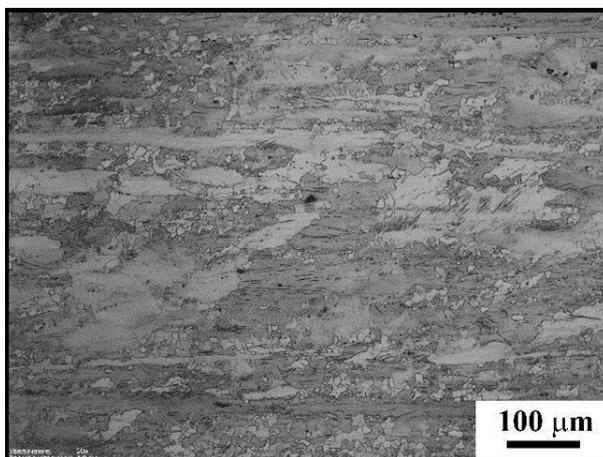
## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В исходном термообработанном состоянии образец сплава Mg–8,6Zn–1,2Zr имеет крупнозернистое состояние с бимодальным распределением по размеру зерна (рис. 1). Наблюдаются крупные зерна со средним поперечным размером 30±10 мкм и мелкие рекристаллизованные зерна со средним поперечным размером 4±2 мкм. Дополнительно охарактеризовать исходное состояние позволяет такая структурно-чувствительная характеристика, как электропроводность, которая помогает косвенно оценить изменение концентрации твердого раствора в сплаве в процессе дальнейшей деформационной обработки. В исходном состоянии электропроводность составила 29±2 % IACS.

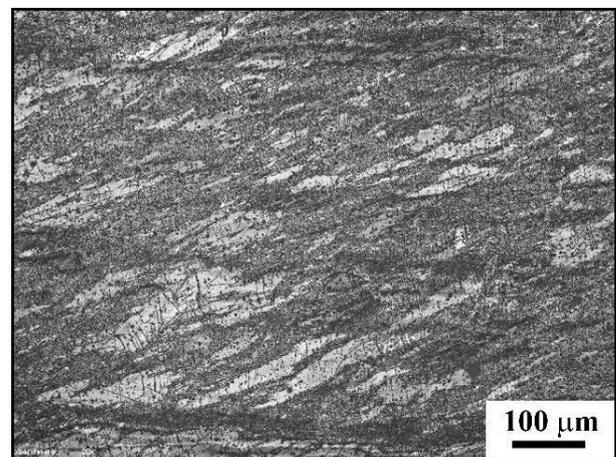
В результате проведенной деформационной обработки по режимам 1 и 2 установлено, что в образцах сохраняется бимодальный вид структуры (рис. 2). После 1 цикла РКУП ярко выражена текстура деформации, крупные зерна развернуты по направлению действия сдвига в очаге РКУП, их средний поперечный размер уменьшился до 20±4 мкм, рекристаллизованные зерна имеют средний поперечный размер 6±2 мкм и располагаются преимущественно вдоль границ больших деформированных зерен. Это свидетельствует о реализации процессов как трансформации зерен, так и динамической рекристаллизации. Второй цикл по режиму 2 не вносит существенных изменений в характер структуры. Наблюдаются крупные деформированные



**Рис. 1.** Структура сплава системы Mg–Zn–Zr после отжига при 400 °С в течение 24 ч. Световая микроскопия  
**Fig. 1.** The structure of the Mg–Zn–Zr system alloy after annealing at 400 °C for 24 h. Light microscopy



*a*



*b*

**Рис. 2.** Структура сплава системы Mg–Zn–Zr после РКУП по режиму 1 (а) и 2 (б)  
**Fig. 2.** The structure of the Mg–Zn–Zr system alloy after ECAP according to regimes 1 (a) and 2 (b)

зерна со средним поперечным размером  $18 \pm 4$  мкм и рекристаллизованные со средним поперечным размером  $5 \pm 2$  мкм.

После деформации по режиму 1 электропроводность сохранилась на уровне  $29 \pm 2$  % IACS. После деформации по режиму 2 она составила  $32 \pm 2$  % IACS. Данное изменение, скорее всего, объясняется температурным режимом.

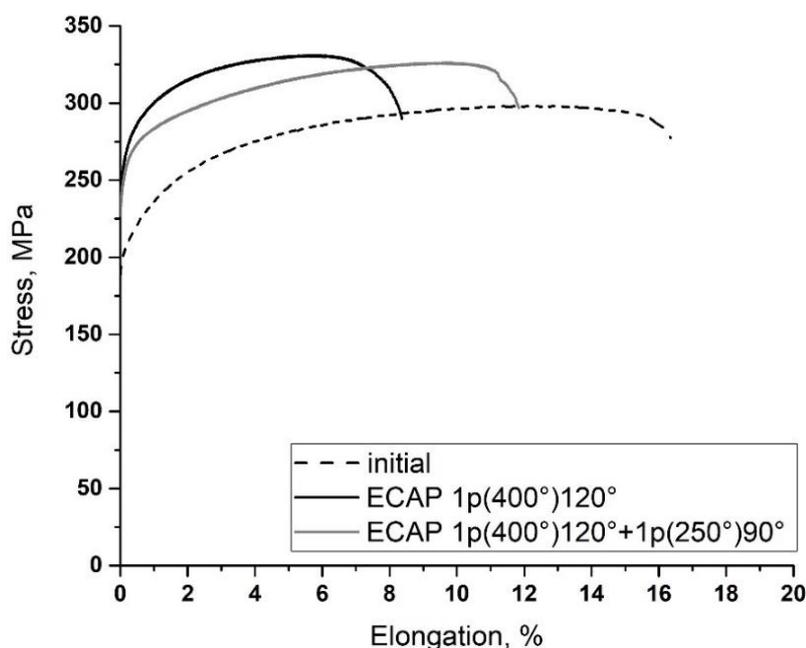
Результаты механических испытаний на растяжение свидетельствуют о повышении прочности сплава Mg–8,6Zn–1,2Zr после РКУП (рис. 3). После 1 цикла РКУП предел прочности увеличился с  $300 \pm 7$  до  $330 \pm 5$  МПа, 2-й цикл не привел к увеличению прочности.

Следующей важной характеристикой материала для изготовления имплантатов является его коррозионная стойкость. Из анализа полученных результатов коррозионных испытаний, представленных в виде поляризационных кривых, были получены значения тока коррозии ( $i_{corr}$ ) и потенциала свободной корро-

зии ( $E_{corr}$ ) (таблица 1). На рис. 4 видно, что тафелевские участки наблюдаются на катодных ветвях образцов. В результате обработки РКУП по режимам 1 и 2 поверхности образцов пассивируются, о чем свидетельствует меньшее значение потенциала свободной коррозии  $E_{corr}$ . На основе результатов, представленных в таблице 1, наилучшие коррозионные свойства имеет исходный образец с минимальным показателем тока коррозии  $i_{corr}$ . Смещение катодных ветвей указывает на изменение площади поверхности, доступной для катодной реакции.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Прочностные свойства и коррозионная стойкость магниевое сплава тесно связаны с его структурным состоянием. Измельчение структуры может двояко влиять на коррозионную стойкость магниевых сплавов. В случае системы Mg–Al измельчение будет приводить



**Рис. 3.** Кривые механических испытаний сплава системы Mg–Zn–Zr после отжига при 400 °С, РКУП по режимам 1 и 2  
**Fig. 3.** Curves of mechanical tests of the Mg–Zn–Zr system alloy after annealing at 400 °C, ECAP according to regimes 1 and 2

**Таблица 1.** Значения тока коррозии и потенциала свободной коррозии  
**Table 1.** Values of corrosion current and free corrosion potential

Состояние	$I_{corr}$ , мкА/см <sup>2</sup>	$E_{corr}$ , В
Исходное состояние (400 °С, 24 ч)	24,05±5,46	-1,428±0,013
РКУП по режиму 1	32,06±16,20	-1,382±0,030
РКУП по режиму 2	57,00±6,22	-1,391±0,085

к увеличению коррозионной стойкости [25], однако для сплава системы Mg–Zn–Zr характер коррозионного поведения может быть иным из-за типа и распределения дисперсных частиц вторых фаз по границам зерен, в связи с чем возможно увеличение скорости коррозии [26]. Об изменении концентрации твердого раствора и процессе выделения частиц вторых фаз можно косвенно судить по результатам измерения электропроводности. Известно, что при температуре выше 300 °С растворимость как Zn, так и Zr повышается. Таким образом, РКУП при 250 °С приводит к распаду твердого раствора легирующих элементов. Установлено, что при режиме 1, когда температура составляла 400 °С, электропроводность соответствовала значению отожженного состояния 29 % IACS. Режим 2 при температуре 250 °С ведет к повышению электропроводности материала до 32 % IACS. Таким образом, понижение температуры деформационной обработки до 250 °С будет приводить к деформационно-стимулированному распаду твердого раствора.

Электрохимические испытания на коррозионную стойкость свидетельствуют, что наибольшее значение имеет образец магниевого сплава в отожженном состоянии, что обусловлено равновесным состоянием границ зерен [27]. Уменьшение среднего поперечного размера крупных и рекристаллизованных зерен, текстурирование и возможное увеличение количества дефектов кристаллической решетки, а также изменение состояния твердого раствора приводят к увеличению токов коррозии. При этом после высокотемпературной деформационной обработки по режиму 1 увеличение составляет ~25 %, а после 2-го цикла деформации при более низкой температуре (250 °С) в соответствии с режимом 2 ток коррозии относительно исходного состояния увеличивается более чем в 2 раза.

Стоит отметить, что на сплаве Mg–8,6Zn–1,2Zr удалось достичь высоких показателей предела прочности и условного предела текучести уже за 1 цикл РКУП. В таблице 2 представлено сравнение достигнутых прочностных характеристик с результатами других исследований на сплавах близкого химического состава.

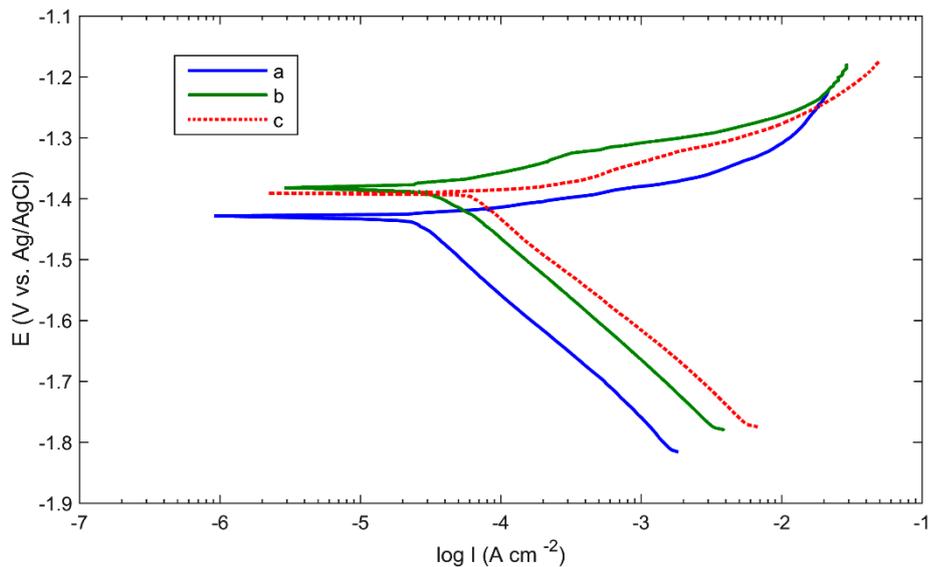


Рис. 4. Поляризационные кривые: a – исходное состояние; b – режим 1; c – режим 2  
 Fig. 4. Polarization curves: a – initial state; b – regime 1; c – regime 2

Таблица 2. Механические характеристики сплава системы Mg–Zn–Zr после РКУП  
 Table 2. Mechanical characteristics of the Mg–Zn–Zr system alloy after ECAP

Работа	Режим	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_{0.2}$ , МПа	Относительное удлинение, %
Данная работа	РКУП по режиму 1	330	267	8
	РКУП по режиму 2	325	245	12
[16]	4 цикла РКУП по маршруту Вс, 220 °С, угол пересечения каналов 90°	290	231	27
[28]	2 цикла РКУП по маршруту Вс, угол пересечения каналов 90°	341	264	23
	4 цикла РКУП по маршруту Вс, угол пересечения каналов 90°	334	277	21
[29]	2 цикла РКУП, 250 °С, угол пересечения каналов 90°	326	175	25

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Установлено, что при деформационной обработке методом РКУП сплава Mg–8,6Zn–1,2Zr значительную роль играет температура. Так, при 400 °С основным механизмом формирования структуры при деформации является динамическая рекристаллизация, при этом сохраняется состояние твердого раствора.

Деформационная обработка сплава Mg–8,6Zn–1,2Zr методом РКУП, 1 цикл, угол пересечения каналов 120°, 400 °С (режим 1), ведет к формированию структуры с рекристаллизованными зёрнами со средним поперечным размером 6±2 мкм и более крупными деформированными зёрнами, направленными вдоль направления сдвига, со средним поперечным размером 20±4 мкм.

Такое структурное состояние обеспечивает повышение предела прочности относительно исходного отожженного на ~10 %, до 330 МПа.

Измерения электропроводности косвенно свидетельствуют о том, что понижение температуры деформационной обработки методом РКУП до 250 °С ведет к протеканию деформационно-индуцированного распада пересыщенного твердого раствора. Электропроводность после деформации по режиму 1 составила 29±2 % IACS, в то время как итоговая электропроводность после деформации сплава Mg–8,6Zn–1,2Zr по режиму 2 отличается от исходного состояния на 3 % и составляет 32±2 % IACS.

Результаты испытаний по электрохимической коррозии свидетельствуют о том, что наибольшей стойкостью

к коррозии обладает образец магниевое сплава в исходном отожженном состоянии. 1 цикл РКУП при 400 °C приводит к повышению тока коррозии на 25 % ( $32,06 \pm 16,20$  мкА/см<sup>2</sup>), в то время как последующая деформация при 250 °C ведет к увеличению тока коррозии более чем в 2 раза ( $57,00 \pm 6,22$  мкА/см<sup>2</sup>).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Li N., Zheng Y. Novel Magnesium Alloys Developed for Biomedical Application: A Review // *Journal of Materials Science and Technology*. 2013. Vol. 29. № 6. P. 489–502. DOI: [10.1016/j.jmst.2013.02.005](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.02.005).
- Chen Y., Xu Z., Smith C., Sankar J. Recent advances on the development of magnesium alloys for biodegradable implants // *Acta Biomaterialia*. 2014. Vol. 10. № 11. P. 4561–4573. DOI: [10.1016/j.actbio.2014.07.005](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2014.07.005).
- Gu X.-N., Zheng Y.-F. A review on magnesium alloys as biodegradable materials // *Frontiers of Materials Science in China*. 2010. Vol. 4. P. 111–115. DOI: [10.1007/s11706-010-0024-1](https://doi.org/10.1007/s11706-010-0024-1).
- Saris N.-E.L., Mervaala E., Karppanen H., Khawaja J.A., Lewenstam A. Magnesium: An update on physiological, clinical and analytical aspects // *Clinica Chimica Acta*. 2000. Vol. 294. № 1-2. P. 1–26. DOI: [10.1016/S0009-8981\(99\)00258-2](https://doi.org/10.1016/S0009-8981(99)00258-2).
- Yin D., Zhang E., Zeng S. Effect of Zn on mechanical property and corrosion property of extruded Mg-Zn-Mn alloy // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2008. Vol. 18. № 4. P. 763–768. DOI: [10.1016/S1003-6326\(08\)60131-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60131-4).
- Cai S., Lei T., Li N., Feng F. Effects of Zn on microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Mg-Zn alloys // *Materials Science and Engineering: C*. 2012. Vol. 32. № 8. P. 2570–2577. DOI: [10.1016/j.msec.2012.07.042](https://doi.org/10.1016/j.msec.2012.07.042).
- Zhao T., Hu Y., Pan F., He B., Guan M., Yuan Y., Tang A. Effect of Zn Content on the Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Al-Sn-Mn Alloys // *Materials*. 2019. Vol. 12. № 19. Article number 3102. DOI: [10.3390/ma12193102](https://doi.org/10.3390/ma12193102).
- Bohlen J., Kurz G., Yi S., Letzig D. Rolling of magnesium alloys // *Advances in Wrought Magnesium Alloys*. Sawston: Woodhead Publishing Limited, 2012. P. 346–375.
- Xin R., Li B., Li L., Liu Q. Influence of texture on corrosion rate of AZ31 Mg alloy in 3.5wt.% NaCl // *Materials & Design*. 2011. Vol. 32. № 8-9. P. 4548–4552.
- Zheng F., Chen H., Zhang Y., Wang W., Nie H. Microstructure evolution and corrosion resistance of AZ31 magnesium alloy tube by stagger spinning // *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*. 2022. Vol. 29. P. 1361–1372. DOI: [10.1007/s12613-021-2396-x](https://doi.org/10.1007/s12613-021-2396-x).
- Sun J., Zhao W., Yan P., Chen K., Jiao L., Qiu T., Wang X. Effect of Corrosive Medium and Surface Defect-Energy on Corrosion Behavior of Rolled ZK61M Alloy // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 12. Article number 4091. DOI: [10.3390/ma15124091](https://doi.org/10.3390/ma15124091).
- Li W., Liu X., Zheng Y. et al. In vitro and in vivo studies on ultrafine-grained biodegradable pure Mg, Mg-Ca alloy and Mg-Sr alloy processed by high-pressure torsion // *Biomaterials Science*. 2020. № 18. P. 5071–5078. DOI: [10.1039/D0BM00805B](https://doi.org/10.1039/D0BM00805B).
- Medeiros M.P., Carvalho A.P., Isaac A., Afonso C.R.M., Janeček M., Minárik P., Celis M.M., Figueiredo R.B. Using high pressure torsion to process magnesium alloys for biological applications // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 22. P. 3075–3084. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.12.127](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.12.127).
- Yan Z., Zhu J., Zhang Z., Wang Q., Xue Y. The microstructural, textural, and mechanical effects of high-pressure torsion processing on Mg alloys: A review // *Frontiers in Materials*. 2022. Vol. 9. Article number 964992. DOI: [10.3389/fmats.2022.964992](https://doi.org/10.3389/fmats.2022.964992).
- Merson D., Brilevsky A., Myagkikh P., Tarkova A., Prokhorikhin A., Kretov E., Frolova T., Vinogradov A. The Functional Properties of Mg-Zn-X Biodegradable Magnesium Alloys // *Materials*. 2020. Vol. 13. № 3. Article number 544. DOI: [10.3390/ma13030544](https://doi.org/10.3390/ma13030544).
- Yin D.L., Cui H.L., Qiao J., Zhang J.F. Enhancement of mechanical properties in a Mg-Zn-Zr alloy by equal channel angular pressing at warm temperature // *Materials Research Innovations*. 2015. Vol. 19. № 9. P. 9–28. DOI: [10.1179/1432891715Z.0000000001912](https://doi.org/10.1179/1432891715Z.0000000001912).
- Vinogradov A., Vasilev E., Kopylov V.I., Linderov M., Brilevsky A., Merson D. High Performance Fine-Grained Biodegradable Mg-Zn-Ca Alloys Processed by Severe Plastic Deformation // *Metals*. 2019. Vol. 9. № 2. Article number 186. DOI: [10.3390/met9020186](https://doi.org/10.3390/met9020186).
- Jahadi R., Sedighi M., Jahed H. ECAP effect on the micro-structure and mechanical properties of AM30 magnesium alloy // *Materials Science and Engineering: A*. 2014. Vol. 593. P. 178–184. DOI: [10.1016/j.msea.2013.11.042](https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.042).
- Straumal B., Martynenko N., Temralieva D. et al. The Effect of Equal-Channel Angular Pressing on Microstructure, Mechanical Properties, and Biodegradation Behavior of Magnesium Alloyed with Silver and Gadolinium // *Crystals*. 2020. Vol. 10. № 10. Article number 918. DOI: [10.3390/cryst10100918](https://doi.org/10.3390/cryst10100918).
- Gopi K.R., Shivananda Nayaka H. Microstructure and mechanical properties of magnesium alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP) // *Materials Today: Proceedings*. 2017. Vol. 4. № 9. P. 10288–10292. DOI: [10.1016/j.matpr.2017.06.366](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.06.366).
- Chen M., Ma C., Liu Q., Cheng M., Wang H., Hu X. Plastic Deformation Mechanism of High Strength and Toughness ZK61 Magnesium Alloy Plate by Multipass Horizontal Continuous Rolling // *Materials*. 2023. Vol. 16. № 3. Article number 1320. DOI: [10.3390/ma16031320](https://doi.org/10.3390/ma16031320).
- Alawad M.O., Alateyah A.I., El-Garaihy W.H., BaQais A., Elkhatny S., Kouta H., Kamel M., El-Sanabary S. Optimizing the ECAP Parameters of Biodegradable Mg-Zn-Zr Alloy Based on Experimental, Mathematical Empirical, and Response Surface Methodology // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 21. Article number 7719. DOI: [10.3390/ma15217719](https://doi.org/10.3390/ma15217719).
- Choi H.Y., Kim W.J. Effect of thermal treatment on the bio-corrosion and mechanical properties of ultrafine-grained ZK60 magnesium alloy // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2015. Vol. 51. P. 291–301. DOI: [10.1016/j.jmbbm.2015.07.019](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.07.019).
- Scully J.R. Polarization resistance method for determination of instantaneous corrosion rates // *Corrosion*. 2000. Vol. 56. № 2. P. 199–218. DOI: [10.5006/1.3280536](https://doi.org/10.5006/1.3280536).

25. Aung N.N., Zhou W. Effect of grain size and twins on corrosion behaviour of AZ31B magnesium alloy // *Corrosion Science*. 2010. Vol. 52. № 2. P. 589–594. DOI: [10.1016/j.corsci.2009.10.018](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.10.018).
26. Zeng R., Kainer K.U., Blawert C., Dietzel W. Corrosion of an extruded magnesium alloy ZK60 component – The role of microstructural features // *Journal of Alloys and Compounds*. 2011. Vol. 509. № 13. P. 4462–4469. DOI: [10.1016/j.jallcom.2011.01.116](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.01.116).
27. Shang B., Lei L., Wang X., He P., Yuan X., Dai W., Li J., Jiang Y., Sun Y. Effects of grain boundary characteristics changing with cold rolling deformation on intergranular corrosion resistance of 443 ultra-pure ferritic stainless steel // *Corrosion Communications*. 2022. Vol. 8. P. 27–39. DOI: [10.1016/j.corcom.2022.07.002](https://doi.org/10.1016/j.corcom.2022.07.002).
28. Yan J., Qin Z., Yan K. Mechanical properties and microstructure evolution of Mg-6 wt%Zn alloy during equal-channel angular pressing // *Metals*. 2018. Vol. 8. № 10. Article number 841. DOI: [10.3390/met8100841](https://doi.org/10.3390/met8100841).
29. Dumitru F.-D., Higuera-Cobos O.F., Cabrera J.M. ZK60 alloy processed by ECAP: Microstructural, physical and mechanical characterization // *Materials Science and Engineering: A*. 2014. Vol. 594. P. 32–39. DOI: [10.1016/j.msea.2013.11.050](https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.050).
9. Xin R., Li B., Li L., Liu Q. Influence of texture on corrosion rate of AZ31 Mg alloy in 3.5wt.% NaCl. *Materials & Design*, 2011, vol. 32, no. 8-9, pp. 4548–4552.
10. Zheng F., Chen H., Zhang Y., Wang W., Nie H. Microstructure evolution and corrosion resistance of AZ31 magnesium alloy tube by stagger spinning. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 2022, vol. 29, pp. 1361–1372. DOI: [10.1007/s12613-021-2396-x](https://doi.org/10.1007/s12613-021-2396-x).
11. Sun J., Zhao W., Yan P., Chen K., Jiao L., Qiu T., Wang X. Effect of Corrosive Medium and Surface Defect-Energy on Corrosion Behavior of Rolled ZK61M Alloy. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 12, article number 4091. DOI: [10.3390/ma15124091](https://doi.org/10.3390/ma15124091).
12. Li W., Liu X., Zheng Y. et al. In vitro and in vivo studies on ultrafine-grained biodegradable pure Mg, Mg-Ca alloy and Mg-Sr alloy processed by high-pressure torsion. *Biomaterials Science*, 2020, no. 18, pp. 5071–5078. DOI: [10.1039/D0BM00805B](https://doi.org/10.1039/D0BM00805B).
13. Medeiros M.P., Carvalho A.P., Isaac A., Afonso C.R.M., Janeček M., Minárik P., Celis M.M., Figueiredo R.B. Using high pressure torsion to process magnesium alloys for biological applications. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 22, pp. 3075–3084. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.12.127](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.12.127).
14. Yan Z., Zhu J., Zhang Z., Wang Q., Xue Y. The microstructural, textural, and mechanical effects of high-pressure torsion processing on Mg alloys: A review. *Frontiers in Materials*, 2022, vol. 9, article number 964992. DOI: [10.3389/fmats.2022.964992](https://doi.org/10.3389/fmats.2022.964992).
15. Merson D., Brilevsky A., Myagkikh P., Tarkova A., Prokhorikhin A., Kretov E., Frolova T., Vinogradov A. The Functional Properties of Mg–Zn–X Biodegradable Magnesium Alloys. *Materials*, 2020, vol. 13, no. 3, article number 544. DOI: [10.3390/ma13030544](https://doi.org/10.3390/ma13030544).
16. Yin D.L., Cui H.L., Qiao J., Zhang J.F. Enhancement of mechanical properties in a Mg–Zn–Zr alloy by equal channel angular pressing at warm temperature. *Materials Research Innovations*, 2015, vol. 19, no. 9, pp. 9–28. DOI: [10.1179/1432891715Z.0000000001912](https://doi.org/10.1179/1432891715Z.0000000001912).
17. Vinogradov A., Vasilev E., Kopylov V.I., Linderov M., Brilevsky A., Merson D. High Performance Fine-Grained Biodegradable Mg–Zn–Ca Alloys Processed by Severe Plastic Deformation. *Metals*, 2019, vol. 9, no. 2, article number 186. DOI: [10.3390/met9020186](https://doi.org/10.3390/met9020186).
18. Jahadi R., Sedighi M., Jahed H. ECAP effect on the micro-structure and mechanical properties of AM30 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 593, pp. 178–184. DOI: [10.1016/j.msea.2013.11.042](https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.042).
19. Straumal B., Martynenko N., Temralieva D. et al. The Effect of Equal-Channel Angular Pressing on Microstructure, Mechanical Properties, and Biodegradation Behavior of Magnesium Alloyed with Silver and Gadolinium. *Crystals*, 2020, vol. 10, no. 10, article number 918. DOI: [10.3390/cryst10100918](https://doi.org/10.3390/cryst10100918).
20. Gopi K.R., Shivananda Nayaka H. Microstructure and mechanical properties of magnesium alloy processed by equal channel angular pressing (ECAP). *Materials Today: Proceedings*, 2017, vol. 4, no. 9, pp. 10288–10292. DOI: [10.1016/j.matpr.2017.06.366](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.06.366).
8. Bohlen J., Kurz G., Yi S., Letzig D. Rolling of magnesium alloys. *Advances in Wrought Magnesium Alloys*. Sawston, Woodhead Publishing Limited, 2012, pp. 346–375.

## REFERENCES

1. Li N., Zheng Y. Novel Magnesium Alloys Developed for Biomedical Application: A Review. *Journal of Materials Science and Technology*, 2013, vol. 29, no. 6, pp. 489–502. DOI: [10.1016/j.jmst.2013.02.005](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.02.005).
2. Chen Y., Xu Z., Smith C., Sankar J. Recent advances on the development of magnesium alloys for biodegradable implants. *Acta Biomaterialia*, 2014, vol. 10, no. 11, pp. 4561–4573. DOI: [10.1016/j.actbio.2014.07.005](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2014.07.005).
3. Gu X.-N., Zheng Y.-F. A review on magnesium alloys as biodegradable materials. *Frontiers of Materials Science in China*, 2010, vol. 4, pp. 111–115. DOI: [10.1007/s11706-010-0024-1](https://doi.org/10.1007/s11706-010-0024-1).
4. Saris N.-E.L., Mervaala E., Karppanen H., Khawaja J.A., Lewenstam A. Magnesium: An update on physiological, clinical and analytical aspects. *Clinica Chimica Acta*, 2000, vol. 294, no. 1-2, pp. 1–26. DOI: [10.1016/S0009-8981\(99\)00258-2](https://doi.org/10.1016/S0009-8981(99)00258-2).
5. Yin D., Zhang E., Zeng S. Effect of Zn on mechanical property and corrosion property of extruded Mg–Zn–Mn alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2008, vol. 18, no. 4, pp. 763–768. DOI: [10.1016/S1003-6326\(08\)60131-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60131-4).
6. Cai S., Lei T., Li N., Feng F. Effects of Zn on microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Mg–Zn alloys. *Materials Science and Engineering: C*, 2012, vol. 32, no. 8, pp. 2570–2577. DOI: [10.1016/j.msec.2012.07.042](https://doi.org/10.1016/j.msec.2012.07.042).
7. Zhao T., Hu Y., Pan F., He B., Guan M., Yuan Y., Tang A. Effect of Zn Content on the Microstructure and Mechanical Properties of Mg–Al–Sn–Mn Alloys. *Materials*, 2019, vol. 12, no. 19, article number 3102. DOI: [10.3390/ma12193102](https://doi.org/10.3390/ma12193102).

- Toughness ZK61 Magnesium Alloy Plate by Multipass Horizontal Continuous Rolling. *Materials*, 2023, vol. 16, no. 3, article number 1320. DOI: [10.3390/ma16031320](https://doi.org/10.3390/ma16031320).
22. Alawad M.O., Alateyah A.I., El-Garaihy W.H., BaQais A., Elkhatatny S., Kouta H., Kamel M., El-Sanabary S. Optimizing the ECAP Parameters of Biodegradable Mg–Zn–Zr Alloy Based on Experimental, Mathematical Empirical, and Response Surface Methodology. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 21, article number 7719. DOI: [10.3390/ma15217719](https://doi.org/10.3390/ma15217719).
23. Choi H.Y., Kim W.J. Effect of thermal treatment on the bio-corrosion and mechanical properties of ultrafine-grained ZK60 magnesium alloy. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2015, vol. 51, pp. 291–301. DOI: [10.1016/j.jmbbm.2015.07.019](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.07.019).
24. Scully J.R. Polarization resistance method for determination of instantaneous corrosion rates. *Corrosion*, 2000, vol. 56, no. 2, pp. 199–218. DOI: [10.5006/1.3280536](https://doi.org/10.5006/1.3280536).
25. Aung N.N., Zhou W. Effect of grain size and twins on corrosion behaviour of AZ31B magnesium alloy. *Corrosion Science*, 2010, vol. 52, no. 2, pp. 589–594. DOI: [10.1016/j.corsci.2009.10.018](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2009.10.018).
26. Zeng R., Kainer K.U., Blawert C., Dietzel W. Corrosion of an extruded magnesium alloy ZK60 component – The role of microstructural features. *Journal of Alloys and Compounds*, 2011, vol. 509, no. 13, pp. 4462–4469. DOI: [10.1016/j.jallcom.2011.01.116](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2011.01.116).
27. Shang B., Lei L., Wang X., He P., Yuan X., Dai W., Li J., Jiang Y., Sun Y. Effects of grain boundary characteristics changing with cold rolling deformation on intergranular corrosion resistance of 443 ultra-pure ferritic stainless steel. *Corrosion Communications*, 2022, vol. 8, pp. 27–39. DOI: [10.1016/j.corcom.2022.07.001](https://doi.org/10.1016/j.corcom.2022.07.001).
28. Yan J., Qin Z., Yan K. Mechanical properties and microstructure evolution of Mg-6 wt%Zn alloy during equal-channel angular pressing. *Metals*, 2018, vol. 8, no. 10, article number 841. DOI: [10.3390/met8100841](https://doi.org/10.3390/met8100841).
29. Dumitru F.-D., Higuera-Cobos O.F., Cabrera J.M. ZK60 alloy processed by ECAP: Microstructural, physical and mechanical characterization. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, vol. 594, pp. 32–39. DOI: [10.1016/j.msea.2013.11.050](https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.11.050).

## Changes in the structure, mechanical and corrosion properties of the Mg–Zn–Zr system alloy subjected to equal channel angular pressing

© 2024

Denis A. Aksenov<sup>\*1,2,3</sup>, junior researcher  
 Elvira I. Fakhretdinova<sup>1,2</sup>, PhD (Engineering), researcher  
 Rashid N. Asfandiyarov<sup>1,2,4</sup>, PhD (Engineering), researcher  
 Arseniy G. Raab<sup>2,5</sup>, PhD (Engineering), researcher  
 Arseniy E. Sharipov<sup>2</sup>, graduate student  
 Mariya A. Shishkunova<sup>2</sup>, postgraduate student  
 Yuliya R. Sementeeva<sup>2</sup>, graduate student

<sup>1</sup>Institute of Physics of Molecules and Crystals of Ufa Federal Research Center of RAS, Ufa (Russia)<sup>2</sup>Ufa University of Science and Technology, Ufa (Russia)

\*E-mail: aksyonovda@mail.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2652-2646><sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5522-4314><sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1993-413X>

Received 05.06.2023

Accepted 25.08.2023

**Abstract:** Magnesium alloys are considered promising materials for the production of bioresorbable implants. Their main disadvantages are low strength and corrosion resistance in biological environment. In the work, the authors studied the effect of severe plastic deformation using the equal channel angular pressing (ECAP) method on the structure, mechanical properties, and corrosion resistance of the Mg–8.6Zn–1.2Zr magnesium alloy. It was identified that one ECAP cycle at 400 °C leads to a substantial hardening of the Mg–8.6Zn–1.2Zr alloy by ~10 %, up to 330 MPa. Structural studies showed that dynamic recrystallisation plays a significant role in the structure transformation. ECAP leads to the formation of a bimodal structure with large deformed grains with an average transverse size of 20±4 µm and recrystallised grains with an average transverse size of 6±2 µm. It was found that with a decrease in the strain temperature up to 250 °C, the process of deformation-induced decay of the supersaturated solid solution takes place. Electrical conductivity of a sample after ECAP at 400 °C amounted 29±2 % according to the International Annealed Copper Standard (IACS), while second ECAP cycles lead to an increase in the electrical conductivity up to 32±2 % IACS. Using the electrochemical corrosion method, the authors found that one ECAP cycle at 400 °C leads to a slight decrease in the corrosion resistance of the alloy under study compared to the initial state. The study showed that the corrosion current increases from 24 to 32 µA/cm<sup>2</sup>, while the subsequent ECAP cycle at 250 °C increases the corrosion current more than twice (up to 57 µA/cm<sup>2</sup>).

**Keywords:** Mg–Zn–Zr system alloys; Mg–8.6Zn–1.2Zr; magnesium alloys; high strength of magnesium alloys; ECAP; corrosion resistance; electrical conductivity; dynamic recrystallisation during ECAP.

**Acknowledgments:** The work was supported by the Russian Science Foundation (grant No. 22-79-10325, <https://www.rscf.ru/project/22-79-10325/>).

The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Aksenov D.A., Fakhretdinova E.I., Asfandiyarov R.N., Raab A.G., Sharipov A.E., Shishkunova M.A., Sementeeva Yu.R. Changes in the structure, mechanical and corrosion properties of the Mg–Zn–Zr system alloy subjected to equal channel angular pressing. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 9–17. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-1.

**Тольяттинский государственный университет** – участник программы стратегического академического лидерства «Приоритет-2030», опорный вуз Самарской области, центр инновационного и технологического развития региона.

Создан в 2001 году путем объединения Тольяттинского политехнического института (основан в 1951 году как филиал Куйбышевского индустриального института) и Тольяттинского филиала Самарского государственного педагогического университета (основан в 1987 году).

### **ТГУ сегодня**

- Более 22 000 студентов всех форм обучения.
- 10 институтов, реализующих более 170 программ высшего образования по 25 УГСН, НИИ прогрессивных технологий, Институт ДО «Жигулевская долина», Военный учебный центр.
- 38 центров компетенций с современной материально-технической базой, созданных с 2011 года.
- Аккредитация в 8 системах на стандартные испытания, исследования и инжиниринг.
- Основные направления: передовые цифровые, интеллектуальные производственные технологии, роботизированные системы, новые материалы и способы конструирования, экологически чистая и ресурсосберегающая энергетика, персонализированная медицина, противодействие техногенным угрозам.

### **Основные достижения ТГУ**

- Внедрена сквозная проектная и профессиональная практическая деятельность 100 % студентов-очников бакалавриата/специалитета.
- Реализованы 4 мегагранта по постановлениям Правительства РФ от 09.04.2010 № 219 и № 220 – созданы 3 лаборатории в области физического материаловедения и нанотехнологий (с приглашением ведущих ученых), а также инновационно-технологический центр – преобразован в университетский инновационный технопарк.
- Участник НОЦ мирового уровня «Инженерия будущего».
- Инициатор формирования 8 консорциумов, которые объединили 69 организаций, в том числе 36 вузов, 6 научных партнеров, включая 3 организации Российской академии наук.
- Дважды лауреат премии Правительства Российской Федерации в области качества (2009, 2019).
- Создана Система высшего образования онлайн, продвигаемая под брендом «Росдистант». Проект – победитель конкурса «Проектный Олимп» Аналитического центра при Правительстве РФ в номинации «Управление проектами в системе высшего образования и науки» (2019).

## Низкотемпературная сверхпластическая деформация никелевого сплава ЭК79 с ультрамелкозернистой структурой смешанного типа

© 2024

Галиева Эльвина Венеровна\*<sup>1</sup>, кандидат технических наук, научный сотрудник

Классман Екатерина Юрьевна<sup>2</sup>, аспирант, инженер

Валитов Венер Анварович<sup>3</sup>, доктор технических наук, ведущий научный сотрудник

Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа (Россия)

\*E-mail: galieva\_elvina\_v@mail.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1074-6274>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1984-5137>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1349-6047>

Поступила в редакцию 22.09.2023

Принята к публикации 03.11.2023

**Аннотация:** Одним из наиболее эффективных способов повышения технологической пластичности современных суперсплавов – жаропрочных никелевых сплавов – является формирование в объемных полуфабрикатах ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры, которая является необходимым условием для реализации эффекта структурной сверхпластичности в технологических процессах изготовления изделий из таких сплавов. Одним из наиболее перспективных методов получения УМЗ структуры является деформационно-термическая обработка (ДТО) по схеме всесторонней изотермическойковки. Показано, что ДТО сплава ЭК79 с постепенным снижением температуры обработки с 0,88 до 0,62 Ts (где Ts – температура растворения упрочняющей фазы) приводит к трансформации исходной мелкозернистой структуры типа микродуплекс в УМЗ структуру смешанного типа. Такая смешанная УМЗ микроструктура состоит из: 1) относительно крупных (наследственных от мелкозернистой структуры) частиц  $\gamma'$ -фазы размером  $3,0 \pm 0,8$  мкм; 2) зерна  $\gamma$ -фазы и некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы размером 0,3–0,5 мкм; 3) упрочняющих когерентных внутризеренных частиц  $\gamma'$ -фазы размером 0,05–0,1 мкм, выделяющихся при охлаждении с температуры ДТО до комнатной температуры. Сплав ЭК79, имеющий такую микроструктуру, при испытаниях на одноосное сжатие демонстрирует низкотемпературную сверхпластичность в диапазоне температур 800–1000 °С. Установлено, что повышение температуры деформации до 1000 °С приводит к укрупнению зерен  $\gamma$ -фазы до микронного размера. Сохранение сверхпластических свойств при наличии в структуре сравнительно крупных некогерентных частиц второй фазы ( $\gamma'$ -фазы), по-видимому, связано с тем, что деформация локализована в УМЗ компоненте.

**Ключевые слова:** жаропрочный никелевый сплав; ЭК79; упрочняющая фаза; микродуплексная структура; ультрамелкозернистая структура; низкотемпературная сверхпластичность; деформационно-термическая обработка; одноосное сжатие.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 22-79-00271, <https://www.rscf.ru/project/22-79-00271/>.

Электронно-микроскопические исследования и механические испытания проводились на базе Центра коллективного пользования ИПСМ РАН «Структурные и физико-механические исследования материалов».

**Для цитирования:** Галиева Э.В., Классман Е.Ю., Валитов В.А. Низкотемпературная сверхпластическая деформация никелевого сплава ЭК79 с ультрамелкозернистой структурой смешанного типа // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 19–27. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-2.

### ВВЕДЕНИЕ

Суперсплавы на основе никеля используются для изготовления газовых турбин в аэрокосмической и энергетической промышленности из-за их хороших механических свойств, таких как прочность при высоких температурах, сопротивление ползучести и усталостная долговечность, а также коррозионная стойкость [1–3]. Такие характеристики механических свойств достигаются за счет комплексного легирования современных суперсплавов, имеющих сложный химический состав, включающий более 10 легирующих элементов [1; 3; 4]. В этих сплавах требуемые значения эксплуатационных (служебных) свойств достигаются не только благодаря эффективному твердорастворному упрочнению тугоплавкими легирующими элементами, но и за счет выделения внутри зерен пластичной матричной  $\gamma$ -фазы

когерентных частиц, например упрочняющей  $\gamma'$ -фазы на основе интерметаллида  $Ni_3(Al,Ti)$  [1; 5; 6].

Стремление разработчиков суперсплавов к достижению максимальных жаропрочных характеристик за счет усложнения химического состава и увеличения объемной доли упрочняющей  $\gamma'$ -фазы привело к резкому снижению их технологической пластичности и увеличению трудоемкости их деформационной обработки [5–7]. Например, сложнолегированные суперсплавы типа ЭК79 и ЭП975, объемная доля упрочняющей  $\gamma'$  фазы в которых достигает 40 и 55 % соответственно, имеют низкую технологическую пластичность. Это обусловлено тем, что в указанных сплавах упрочняющая  $\gamma'$ -фаза выделяется из пересыщенного твердого раствора матрицы ( $\gamma$ -фазы) практически мгновенно в виде наноразмерных когерентных частиц сферической или кубовидной формы [5; 7]. Выделение таких частиц происходит

как при термической, так и при деформационно-термической обработке (ДТО). В последнем случае наноразмерные частицы  $\gamma'$ -фазы выделяются прежде всего в приповерхностных слоях горячей заготовки, наружная поверхность которой интенсивно остужается в процессе ее переноса из высокотемпературной печи на штамп прессы и далее при последующей деформации. Это приводит к резкому снижению технологической пластичности и, как следствие, к образованию на боковой поверхности деформируемой заготовки из суперсплава сетки мелких трещин. При дальнейшей горячей штамповке это может привести к росту микротрещин вплоть до разрушения деформируемой заготовки.

Более технологичными являются суперсплавы типа Inconel 718 и его российский аналог ЭК61 (ХН58МБЮД), в которых упрочнение достигается за счет выделения наноразмерных частиц  $\gamma''$ -фазы ( $\text{Ni}_3\text{Nb}$ ) [8]. Расширение технологических возможностей при обработке труднодеформируемых жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) возможно за счет эффекта сверхпластичности (СП) и может быть достигнуто в результате формирования в указанных материалах ультрамелкозернистой (УМЗ) или нанокристаллической (НК) структуры [9–11]. Запатентованный в [9] методологический подход, заключающийся в проведении деформационно-термической обработки с поэтапным снижением температуры, позволяет обеспечить поэтапную трансформацию исходной крупнозернистой структуры в мелкозернистую типа микродууплекс. При последующем снижении температуры обработки достигается измельчение структуры до УМЗ состояния и далее вплоть до нанокристаллического состояния. Такой методологический подход оказался весьма эффективным при обработке других сплавов на основе алюминия, магния, титана и даже интерметаллидов на основе последнего [10]. Следует также отметить, что в статье [10] сформулированы принципы метода всесторонней изотермическойковки (ВИК), позволяющей получать однородные объемные наноструктурные полуфабрикаты металлов и сплавов, в том числе жаропрочных и интерметаллидных.

Одним из наиболее перспективных способов измельчения структуры в ЖНС является деформационно-термическая обработка [11–13], при проведении которой эффективно использование схемы (ВИК) [10; 14]. Так, в проведенной ранее работе [15] на примере сплава ЭП975 с тем же типом упрочняющей фазы было показано, что ДТО с поэтапным снижением температуры обработки приводит к получению УМЗ структуры смешанного типа, а сплав с такой структурой при испытаниях на одноосное растяжение демонстрирует максимальные

характеристики сверхпластичности ( $\delta=1320\%$ ;  $m=0,5$ ), достигаемые при температуре  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  и скорости деформации  $\dot{\epsilon}=10^{-3}\text{ c}^{-1}$ .

Для оценки характеристик сверхпластических свойств традиционно используют метод изотермической деформации по схеме одноосного растяжения [16–18]. В случае использования сверхпластической деформации в традиционных технологических процессах (штамповка, ковка), которые осуществляются преимущественно по схеме одноосного сжатия, при изготовлении сложнопрофильной детали в ней будет возникать сложное напряженно-деформированное состояние, характеризующееся действием как растягивающих, так и сжимающих напряжений [15; 19; 20]. В частности, при традиционной штамповке детали в ее центральной зоне преимущественно будут действовать сжимающие напряжения, а на периферии в тангенциальном направлении – растягивающие напряжения [21; 22]. Поэтому при практическом использовании эффекта сверхпластичности в технологическом процессе изготовления деталей из конкретного труднодеформируемого суперсплава актуально не только определение оптимальных режимов получения из выбранного материала полуфабрикатов с УМЗ структурой, но и выявление особенностей микроструктурных изменений при последующей деформации по схеме одноосного сжатия.

Цель работы – исследование влияния деформационно-термической обработки на формирование ультрамелкозернистой структуры смешанного типа в сплаве ЭК79, а также оценка механических свойств такой структуры при испытаниях по схеме одноосного сжатия.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследования проводились на жаропрочном никелевом сплаве ЭК79. В этом сплаве упрочнение достигается за счет выделения внутризеренных когерентных частиц  $\gamma'$ -фазы на основе интерметаллида  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ . Химический состав исследуемого сплава ЭК79 представлен в таблице 1 и соответствует ГОСТ 5632-2014. Для сплава ЭК79 наиболее близким по химическому составу является известный сплав Utimet 520.

В качестве исходного материала использовалась деформированная заготовка диаметром 400 мм и толщиной 40 мм с однородной мелкозернистой структурой типа микродууплекс, из которой были вырезаны образцы размером  $40\times 50\times 70\text{ мм}^3$ . Для получения УМЗ структуры проводили ДТО образцов с использованием схемы ВИК, разработанной в ИПСМ РАН [15]. ДТО проводили на гидравлическом прессе, оснащенном изотермическим штамповым блоком, с усилием 6,3 МН, в диапазоне

Таблица 1. Химический состав жаропрочного никелевого сплава ЭК79  
Table 1. Chemical composition of the EK79 (EK79) heat-resistant nickel-based superalloy

Сплав	Содержание компонентов, мас. %												
	C	Cr	Co	V	W	Mo	Nb	Al	Ti	B	Si	Mn	La
ЭК79	0,06	11	14	0,5	2,5	4,5	2,7	3	2,6	≤0,01	≤0,30	≤0,04	≤0,08

температур (0,88–0,62)  $T_{\gamma'}$  ( $T_{\gamma'}$  – температура растворения  $\gamma'$ -фазы). Скорость деформации составляла  $\dot{\epsilon}=10^{-2}$ – $10^{-3}$  с $^{-1}$ .

Микроструктуру изучали с помощью сканирующего электронного микроскопа TESCAN MIRA 3 LMN и просвечивающего электронного микроскопа JEM-2000EX. Для проведения EBSD-анализа на различных структурных уровнях было получено несколько EBSD-карт с шагом сканирования от 0,06 до 5 мкм в зависимости от структурного состояния. В связи с особенностью метода EBSD из рассмотрения были исключены все малоугловые границы зерен с разориентировкой менее 2°. Испытания на сжатие проводились на универсальном динамометре Schenck RMS-100. Для испытаний на механическое одноосное сжатие использовали цилиндрические образцы диаметром 10 мм и высотой 15 мм.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### Формирование УМЗ структуры смешанного типа в сплаве ЭК79 при ДТО

Исходная микроструктура сплава ЭК79 со средним размером зерен  $\gamma$ -фазы 8–9 мкм и крупными некогерентными частицами – зернами упрочняющей  $\gamma'$ -фазы размером  $3,0\pm 0,8$  мкм представлена на рис. 1. Методом растровой и просвечивающей электронной микроскопии установлено, что в сплаве внутри зерен  $\gamma$ -фазы присутствуют дисперсные (0,2–0,3 мкм) когерентные частицы  $\gamma'$ -фазы, которые обычно выделяются при охлаждении с температуры штамповки до комнатной температуры (рис. 1 а, 1 б). По данным EBSD-анализа установлено, что в исходной мелкозернистой структуре все зерна имеют различную ориентировку в пространстве, сама структура однородна (рис. 1 с).

Низкотемпературная ДТО в интервале температур (0,88–0,62)  $T_{\gamma'}$  с использованием схемы ВИК привела к формированию УМЗ структуры смешанного типа из УМЗ составляющей, представляющей собой смесь из некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы и зерен  $\gamma$ -фазы размером 0,3–0,5 мкм. Объемная доля УМЗ составляющей превышает 80 %. Кроме того, в УМЗ структуре относительно равномерно распределены отдельные крупные частицы – зерна  $\gamma'$ -фазы глобулярной формы размером  $3,0\pm 0,8$  мкм (рис. 1 d, 1 f). Указанные крупные частицы хорошо выявляются по результатам EBSD-анализа (рис. 1 f). Вероятно, они были образованы ранее на высокотемпературной стадии ДТО, в процессе которой сформировалась исходная мелкозернистая микроструктура дуплексного типа. Доля относительно крупных выделений  $\gamma'$ -фазы в сплаве ЭК79 составляет 10 %. При охлаждении с температуры обработки в теле зерен  $\gamma$ -фазы выявляются темпореальные когерентные наноразмерные частицы  $\gamma'$ -фазы размером 0,05–0,1 мкм.

Следует отметить, что в исследуемом сплаве ЭК79 матричная  $\gamma$ -фаза и упрочняющая  $\gamma'$ -фаза имеют один и тот же тип кристаллической решетки – гранецентрированную кубическую решетку, причем параметры несоответствия решеток очень малы (менее 1 %). Поэтому применяемый метод EBSD-анализа не позволяет различить фазы между собой и воспринимает (представляет их) на EBSD-картах как одну фазу. По результатам анализа таких карт (рис. 1 с, 1 f) видно, что все

мелкие зерна  $\gamma$ -фазы и некогерентные частицы-зерна  $\gamma'$ -фазы размером менее 1 мкм разделены высокоугловыми межзеренными ( $\gamma/\gamma$ ) границами с углом разориентировки более 15° и межфазными ( $\gamma/\gamma'$ ) границами, а также окрашены в разные цвета, что свидетельствует об их различной кристаллографической ориентировке. Обращает на себя внимание тот факт, что в крупных («наследственных») от микродуплексной структуры) частицах  $\gamma'$ -фазы выявляется градиент по цвету, т. е. цвет в пределах одного зерна меняет контраст, а в месте, где происходит смена контраста, выявляются субграницы, в которых наблюдается повышенная доля малоугловых границ (МУГ) (рис. 1 f). По-видимому, в процессе низкотемпературной ДТО происходит локальная деформация крупных частиц  $\gamma'$ -фазы по отдельным кристаллографическим плоскостям, что приводит к изменению формы крупных частиц: первоначальная округлая форма принимает по контуру неправильный вид в виде отдельных выступов. Вероятно, одновременно с процессом рекристаллизации, в результате которого произошло формирование УМЗ структуры (на EBSD-картах видны рекристаллизованные мелкие зерна, многие из которых свободны от дислокаций, что подтверждается данными просвечивающей электронной микроскопии), наблюдается деформация крупных некогерентных частиц-зерен  $\gamma'$ -фазы. Установлено, что доля МУГ в сплаве ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа составляет 25 %.

В отличие от крупных частиц  $\gamma'$ -фазы, в УМЗ составляющей (размером 0,3–0,5 мкм) при деформации наблюдается сохранение равноосной формы зерен  $\gamma$ -фазы и некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы, а также более низкая доля МУГ. Это свидетельствует, по-видимому, о частичном развитии на заключительной стадии низкотемпературной ДТО механизмов сверхпластической деформации, в частности основного механизма – зернограницного проскальзывания.

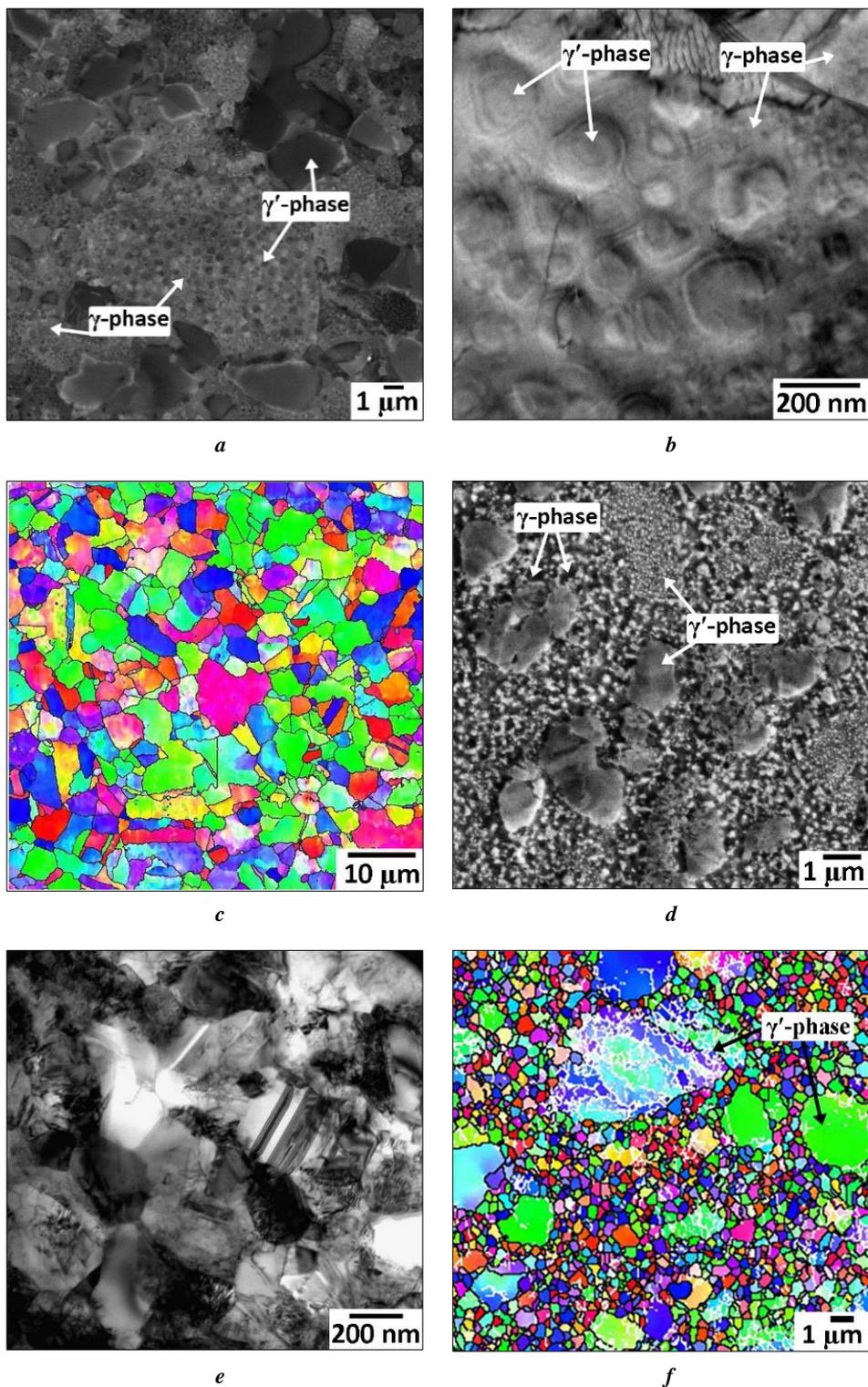
### Сверхпластическая деформация сплава ЭК79 с УМЗ структурой при одноосном сжатии

Данные результатов механических испытаний на одноосное сжатие сплава ЭК79 с УМЗ структурой приведены на рис. 2. Видно, что даже на начальной стадии деформации (5–10 %) в условиях относительно низких температур не обнаруживаются пики напряжения течения. С увеличением степени деформации наблюдается слабый монотонный рост напряжения течения. Более интенсивный рост значений напряжения течения при степенях деформации более 40 %, по-видимому, обусловлен увеличением контактного трения на торцевых поверхностях между деформируемой заготовкой и бойками.

### Микроструктурные исследования образцов после испытаний по схеме одноосного сжатия

Микроструктурные исследования образцов после испытаний по схеме одноосного сжатия представлены на рис. 3.

Анализ микроструктурных изменений после деформации ЭК79 с предварительно подготовленной УМЗ структурой свидетельствует о том, что в процессе низкотемпературной сверхпластической деформации наблюдается сохранение УМЗ структуры смешанного типа. Деформированные зерна свободны от дислокаций, также во многих зернах  $\gamma$ -фазы выявляются двойники.

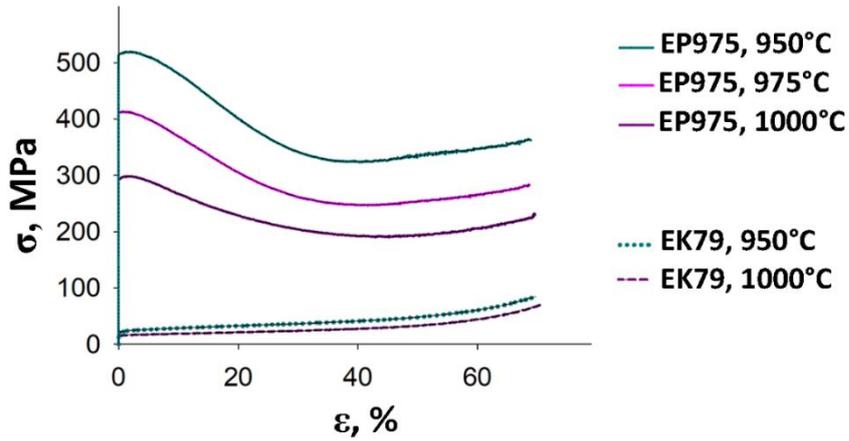


**Рис. 1.** Микроструктура сплава ЭК79: *a-c* – исходная; *d-f* – после ДТО  
**Fig. 1.** Microstructure of the EK79 superalloy: *a-c* – the initial state; *d-f* – after TMT

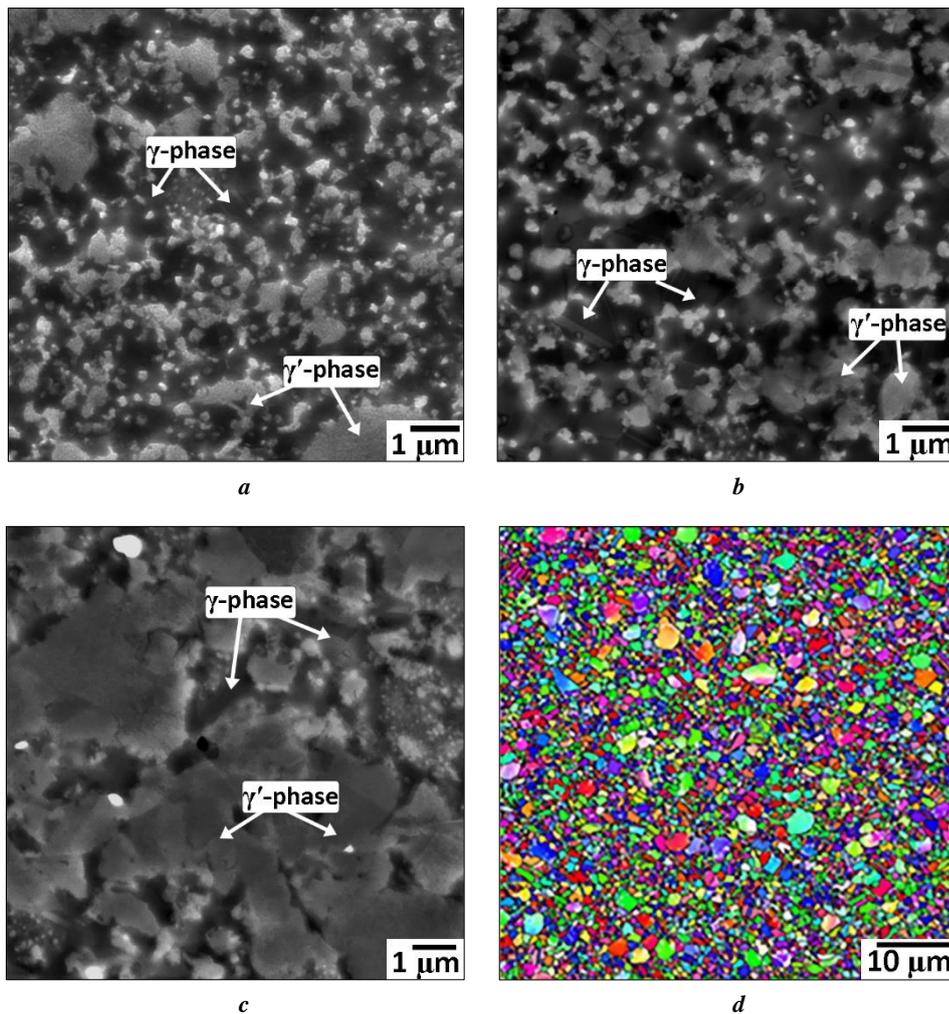
При этом сохраняется равноосная форма зерен, что свидетельствует о развитии основного механизма сверхпластической деформации – зернограницного проскальзывания (рис. 3).

Микроструктурный анализ показал, что в сплаве ЭК79 в результате деформации по схеме одноосного сжатия при температуре 950 °С структура сплава стабильна. Повышение температуры деформации до 1000 °С приво-

дит к укрупнению зерен  $\gamma$ -фазы, что связано с частичным растворением более мелких (менее 1 мкм) частиц  $\gamma'$ -фазы, т. е. структура трансформируется в мелкозернистую структуру дуплексного типа. По EBSD-картам (рис. 3) видно, что структура характеризуется равномерно равноосной формой зерен. Сохранение равноосности является признаком того, что деформация происходит в условиях сверхпластичности.



**Рис. 2.** Механические свойства образцов из никелевых сплавов ЭП975 и ЭК79, испытанных при скорости  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ c}^{-1}$  (ЭП975 [Привод. по: 15, с. 83])  
**Fig. 2.** Mechanical properties of EP975 and EK79 nickel-based superalloys tested at a rate of  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$  (EP975 [Repr. from: 15, p. 83])



**Рис. 3.** Микроструктура суперсплава ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа после сверхпластического деформирования по схеме одноосного сжатия при  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и температуре: **a** – 900 °C; **b** – 950 °C; **c, d** – 1000 °C  
**Fig. 3.** Microstructure of the EK79 superalloy with the mixed-type UFG microstructure after superplastic deformation according to the uniaxial compression scheme at  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$  and temperatures of: **a** – 900 °C; **b** – 950 °C; **c, d** – 1000 °C

Исследованы различные области образцов: те, в которых происходит интенсивное развитие деформации, и те, в которых деформация практически отсутствует (рис. 4). Установлено, что в зонах образцов, участвующих в деформации (центр образца) рост размера зерна обусловлен как термическим влиянием, так и стимулированием деформацией, вследствие чего укрупнение зерен идет более интенсивно. В застойной зоне при осадке, где деформация практически отсутствует, рост зерна обусловлен воздействием высокой температуры, вследствие чего происходит частичное растворение  $\gamma'$ -фазы.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ полученных результатов свидетельствует о том, что в процессе низкотемпературной ДТО в поковках из сплава ЭК79 формируется УМЗ структура смешанного типа, в которой можно выделить три вида размеров частиц  $\gamma'$ -фазы: 1) относительно крупные (размером  $3,0 \pm 0,8$  мкм) – очевидно «наследственные» от исходной мелкозернистой микроструктуры типа микродуплекс; 2) УМЗ составляющая – зерна  $\gamma$ -фазы и некогерентные частицы  $\gamma'$ -фазы размером  $0,3\text{--}0,5$  мкм; 3) упрочняющие внутризеренные частицы  $\gamma'$ -фазы размером  $0,05\text{--}0,1$  мкм, выделяющиеся при охлаждении с температуры ДТО до комнатной температуры.

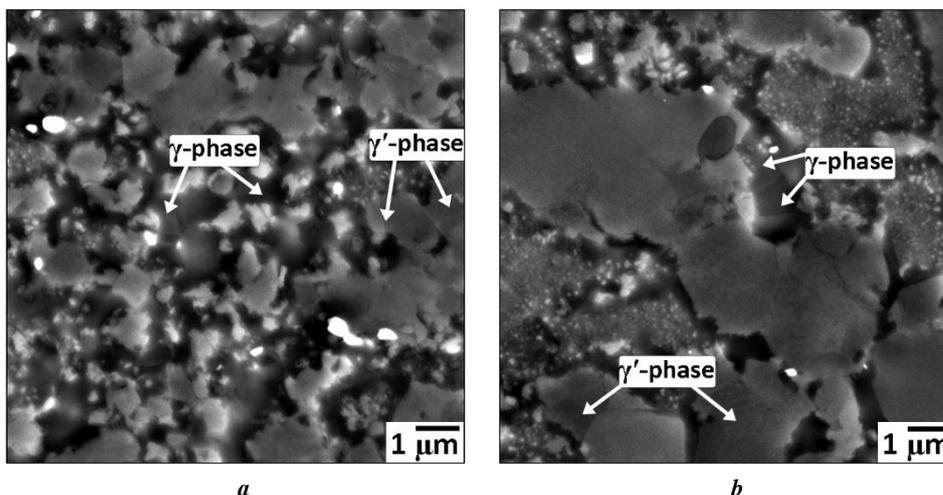
Формирование смешанной УМЗ структуры в сплаве ЭК79 в процессе низкотемпературной ДТО, по-видимому, обусловлено следующими обстоятельствами. Температура обработки достаточно низкая, а степень деформации и время, в течение которого формируется УМЗ структура, недостаточны для того, чтобы обеспечить развитие рекристаллизации в более крупных и прочных, чем матричная  $\gamma$ -фаза, частицах  $\gamma'$ -фазы, которые были унаследованы от микроструктуры дуплексного типа. Поэтому в процессе ДТО по выбранным режимам развитие рекристаллизации происходит преимущественно в мелких зернах пластичной  $\gamma$ -фазы

с исходной микродуплексной структурой, в которых дополнительно были выделены скоагулированные частицы  $\gamma'$ -фазы.

Сравнительный анализ механических свойств (рис. 2) сплава ЭП975, приведенных в работе [15], и сплава ЭК79, исследованного в данной работе, показал, что после деформации по схеме одноосного сжатия наблюдается существенное различие в уровне напряжений течения и в зависимости напряжений течения от степени деформации. В сплаве ЭП975 на начальной стадии деформации (2–5 %) наблюдается пик напряжения течения и последующее снижение. Такой вид зависимости может свидетельствовать о развитии при сверхпластической деформации процессов динамической рекристаллизации и, как следствие, может привести к формированию более мелкозернистой структуры. В то же время в сплаве ЭК79 в изученном температурно-скоростном интервале деформации такого пика не наблюдается. При одинаковых температурно-скоростных условиях деформации уровень напряжения течения в более легированном и более жаропрочном сплаве ЭП975 практически на порядок выше.

Согласно известным представлениям о формировании УМЗ структуры в ЖНС, представленным в работах [7; 12], на каждой стадии измельчение структуры достигается поэтапно: путем трансформации исходной крупнозернистой структуры в мелкозернистую дуплексного типа на высокотемпературной стадии ДТО и далее в УМЗ структуру на последующей низкотемпературной стадии ДТО. В данном случае исходная мелкозернистая структура типа микродуплекс в изучаемом сплаве должна была трансформироваться в полностью однородную УМЗ структуру. Однако в данной работе, как было отмечено выше, в сплаве ЭК79 сформировалась смешанная УМЗ структура. Очевидно, что в процессе ДТО рекристаллизация проходила преимущественно в более пластичной  $\gamma$ -фазе.

По сравнению со сплавом ЭП975 [15] заготовки из более пластичного и менее жаропрочного сплава ЭК79



**Рис. 4.** Микроструктура сплава ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа после сверхпластического деформирования по схеме одноосного сжатия при  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и  $T=1000 \text{ }^\circ\text{C}$ : **a** – центральная часть образца; **b** – застойная зона образца  
**Fig. 4.** Microstructure of the EK79 superalloy with the mixed-type UFG microstructure after superplastic deformation according to the uniaxial compression scheme at  $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$  and  $T=1000 \text{ }^\circ\text{C}$ : **a** – central part of the specimen; **b** – stagnant zone of the specimen

были подвергнуты более интенсивной ДТО (температурный интервал был шире, чем в сплаве ЭП975, а температура окончания ДТО была ниже на 150 °С). Вероятно, этот факт обуславливает формирование более мелкозернистой структуры в сплаве ЭК79, поскольку более интенсивная ДТО при более низких температурах приводит к формированию новых центров рекристаллизации в виде фрагментов и субзерен с МУГ.

Значительная объемная доля УМЗ составляющей ( $\geq 80\%$ ), очевидно, играет решающую роль в реализации эффекта низкотемпературной сверхпластичности в сплаве ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа. Как известно [11; 16], сплавы с УМЗ структурой характеризуются большой долей межзеренных границ, что ведет к активизации основного механизма сверхпластической деформации – зернограницного проскальзывания. Кроме того, увеличение протяженности границ зерен способствует активизации другого механизма сверхпластической деформации – диффузионной ползучести. Поэтому присутствие в УМЗ структуре небольшого количества относительно крупных частиц-зерен  $\gamma'$ -фазы, по-видимому, не оказывает значительного влияния на проявление эффекта низкотемпературной сверхпластичности в исследуемом материале.

## ВЫВОДЫ

1. Низкотемпературная деформационно-термическая обработка жаропрочного никелевого сплава ЭК79 приводит к преобразованию мелкозернистой структуры дуплексного типа в ультрамелкозернистую структуру смешанного типа.

2. Ультрамелкозернистая структура смешанного типа в сплаве ЭК79 состоит из зерен  $\gamma$ -фазы и некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы размером 0,3–0,5 мкм, наряду с которыми присутствуют относительно крупные частицы  $\gamma'$ -фазы размером до 3,8 мкм. При этом доля крупных частиц составляет около 10 %, а доля УМЗ составляющей превышает 80 %, что играет решающую роль в реализации эффекта низкотемпературной сверхпластичности.

3. Сплав ЭК79 с УМЗ структурой смешанного типа обладает термической стабильностью при температурах деформации не выше 950 °С, что обеспечивает необходимые условия для реализации эффекта низкотемпературной сверхпластичности в исследуемом сплаве даже при температурах 800–850 °С, которые соответствуют температурному интервалу старения. Анализ микроструктурных изменений деформированных по схеме одноосного сжатия образцов показал, что сохраняется равноосная форма зерен  $\gamma$ -фазы и некогерентных частиц  $\gamma'$ -фазы размером менее 1 мкм. Последнее свидетельствует о развитии основного механизма сверхпластической деформации – зернограницного проскальзывания.

4. Повышение температуры деформации до 1000 °С приводит к трансформации УМЗ структуры в мелкозернистую структуру дуплексного типа.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Reed R. The Superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge: Cambridge University Press, 2006. 372 p.
2. Long Haibo, Mao Shengcheng, Liu Yinong, Zhang Ze, Han Xiaodong. Microstructural and compositional design of Ni-based single crystalline superalloys – A review // Journal of Alloys and Compounds. 2018. Vol. 743. P. 203–220. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.01.224](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.224).
3. Pollock T.M., Sammy Tin. Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, microstructure, and properties // Journal of Propulsion and Power. 2006. Vol. 22. № 2. P. 361–374. DOI: [10.2514/1.18239](https://doi.org/10.2514/1.18239).
4. Satyanarayana D.V.V., Eswara P.N. Nickel-Based Superalloys // Aerospace Materials and Material Technologies. 2016. P. 199–228. DOI: [10.1007/978-981-10-2134-3\\_9](https://doi.org/10.1007/978-981-10-2134-3_9).
5. Ломберг Б.С., Овсепян С.В., Бакрадзе М.М., Летников М.Н., Мазлов И.С. Применение новых деформируемых никелевых сплавов для перспективных газотурбинных двигателей // Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 116–129. DOI: [10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129](https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129).
6. Mukhtarov S., Karyagin D., Ganeev A., Zainullin R., Shakhov R., Imayev V. The Effect of Forging and Heat Treatment Variables on Microstructure and Mechanical Properties of a Re-Bearing Powder-Metallurgy Nickel Base Superalloy // Metals. 2023. Vol. 13. № 6. Article number 1110. DOI: [10.3390/met13061110](https://doi.org/10.3390/met13061110).
7. Mukhtarov S.K., Imayev V.M., Logunov A.V., Shmotin Yu.N., Mikhailov A.M., Gaisin R.A., Shakhov R.V., Ganeev A.A., Imayev R.M. Recrystallization behavior and mechanical properties of a novel Re-containing nickel-base superalloy // Materials Science and Technology. 2019. Vol. 35. № 13. P. 1605–1613. DOI: [10.1080/02670836.2019.1633726](https://doi.org/10.1080/02670836.2019.1633726).
8. Akca E., Gursel A. A Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based INCONEL Superalloy // Periodicals of Engineering and Natural Sciences. 2015. Vol. 3. № 1. P. 15–27. DOI: [10.21533/pen.v3i1.43](https://doi.org/10.21533/pen.v3i1.43).
9. Utyashev F.Z., Kaibyshev O.A., Valitov V.A. Method for processing billets from multiphase alloys and the article: patent US № 6565683 B1, 2003. 14 p.
10. Мулюков Р.Р. Развитие принципов получения и исследование объемных наноструктурных материалов в ИПСМ РАН // Российские нанотехнологии. 2007. Т. 2. № 7-8. С. 38–53. EDN: [ADHGZ](https://www.edn.ru/ADHGZ/).
11. Zhilyaev A.P., Pshenichnyuk A.I., Utyashev F.Z., Raab G.I. Superplasticity and Grain Boundaries in Ultrafine-Grained Materials. Cambridge: Woodhead Publishing, 2020. 440 p.
12. Utyashev F.Z., Sukhorukov R.Yu., Valitov V.A. Theoretical Foundations of the Use of Severe Plastic Deformation for Formation of Ultrafine Grain Structure in Superalloys // Journal of Machinery Manufacture and Reliability. 2021. № 3. P. 72–79. DOI: [10.3103/S1052618821090144](https://doi.org/10.3103/S1052618821090144).
13. Имаев В.М., Мухтаров Ш.Х., Логунов А.В., Ганев А.А., Шахов Р.В., Имаев Р.М. Влияние деформационно-термической обработки на микроструктуру и механические свойства нового высоколегированного никелевого сплава // Письма о материалах. 2019. Т. 9. № 2. С. 249–254. DOI: [10.22226/2410-3535-2019-2-249-254](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-2-249-254).
14. Chamanfar A., Valberg H.S., Templin B., Plumeri J.E., Misiolok W.Z. Development and validation of a finite-element model for isothermal forging of a nickel-base

- superalloy // *Materialia*. 2019. Vol. 6. Article number 100319. DOI: [10.1016/j.mtla.2019.100319](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100319).
15. Galieva E.V., Klassman E.Yu., Gabbasov R.R., Stepukhov E.M., Valitov V.A. Low-temperature superplastic deformation of EK61 and EP975 wrought nickel-based superalloys with an ultrafine-grained structure // *Letters on materials*. 2023. Vol. 13. № 1. P. 79–84. DOI: [10.22226/2410-3535-2023-1-79-84](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2023-1-79-84).
  16. Padmanabhan K.A., Balasivanandha S.P., Mulyukov R.R., Nazarov A.A., Imayev R.M., Ghosh S.Ch. Superplasticity. Common Basis for a Near-Ubiquitous Phenomenon. Berlin: Springer-Verlag GmbH, 2018. 526 p. DOI: [10.1007/978-3-642-31957-0](https://doi.org/10.1007/978-3-642-31957-0).
  17. Lv Shaomin, Jia Chonglin, He Xinbo, Wan Zhipeng, Li Xinxu, Qu Xuanhui. Superplastic Deformation and Dynamic Recrystallization of a Novel Disc Superalloy GH4151 // *Materials*. 2022. Vol. 12. № 12. Article number 3667. DOI: [10.3390/ma12223667](https://doi.org/10.3390/ma12223667).
  18. Федоров А.А., Беспалов А.В., Комаров Р.С. Сверхпластичность жаропрочного никелевого сплава ЖС6-КП при высоких гидростатических давлениях // *Технология легких сплавов*. 2022. № 1. С. 67–75. DOI: [10.24412/0321-4664-2022-1-67-75](https://doi.org/10.24412/0321-4664-2022-1-67-75).
  19. Wen Hongning, Jin Junsong, Tang Xuefeng et al. Systematic analysis of distinct flow characteristics and underlying microstructural evolution mechanisms of a novel fine-grained P/M nickel-based superalloy during isothermal compression // *Journal of Materials Science & Technology*. 2023. Vol. 162. P. 57–73. DOI: [10.1016/j.jmst.2023.03.042](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2023.03.042).
  20. Lu X.D., Zhang Y.W., Shi S.Y., Wen B., Su X., Du J.H. Hot deformation behavior of hard-to-deform Ni-based Alloy // *Journal of Physics: Conference Series*. 2021. Vol. 1777. Article number 012006. DOI: [10.1088/1742-6596/1777/1/012006](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1777/1/012006).
  21. Xu Xiao-yan, Ma Xiang-dong, Wang Hong, Ye Zhang, Chang Jian-wei, Xu Yao, Sun Guang-ai, Lu Wei-jie, Gao Yu-kui. Characterization of residual stresses and microstructural features in an Inconel 718 forged compressor disc // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2019. Vol. 29. № 3. P. 569–578. DOI: [10.1016/S1003-6326\(19\)64965-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)64965-4).
  22. Galieva E.V., Akhunova A.Kh., Valitov V.A., Klassman E.Yu. Computer and physical modeling of multiple isothermal forging of EK61 superalloy // *Letters on materials*. 2022. Vol. 12. № 3. P. 243–248. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-3-243-248](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-3-243-248).
- REFERENCES**
1. Reed R. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge, Cambridge University Press Publ., 2006. 372 p.
  2. Long Haibo, Mao Shengcheng, Liu Yinong, Zhang Ze, Han Xiaodong. Microstructural and compositional design of Ni-based single crystalline superalloys – A review. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, vol. 743, pp. 203–220. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.01.224](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.01.224).
  3. Pollock T.M., Sammy Tin. Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: Chemistry, microstructure, and properties. *Journal of Propulsion and Power*, 2006, vol. 22, no. 2, pp. 361–374. DOI: [10.2514/1.18239](https://doi.org/10.2514/1.18239).
  4. Satyanarayana D.V.V., Eswara P.N. Nickel-Based Superalloys. *Aerospace Materials and Material Technologies*, 2016, pp. 199–228. DOI: [10.1007/978-981-10-2134-3\\_9](https://doi.org/10.1007/978-981-10-2134-3_9).
  5. Lomberg B.S., Ovsepyan S.V., Bakradze M.M., Letnikov M.N., Mazlov I.S. The application of new wrought nickel alloys for advanced gas turbine engines. *Aviation materials and technologies*, 2017, no. S, pp. 116–129. DOI: [10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129](https://doi.org/10.18577/2071-9140-2017-0-S-116-129).
  6. Mukhtarov S., Karyagin D., Ganeev A., Zainullin R., Shakhov R., Imayev V. The Effect of Forging and Heat Treatment Variables on Microstructure and Mechanical Properties of a Re-Bearing Powder-Metallurgy Nickel Base Superalloy. *Metals*, 2023, vol. 13, no. 6, article number 1110. DOI: [10.3390/met13061110](https://doi.org/10.3390/met13061110).
  7. Mukhtarov S.K., Imayev V.M., Logunov A.V., Shmotin Yu.N., Mikhailov A.M., Gaisin R.A., Shakhov R.V., Ganeev A.A., Imayev R.M. Recrystallization behavior and mechanical properties of a novel Re-containing nickel-base superalloy. *Materials Science and Technology*, 2019, vol. 35, no. 13, pp. 1605–1613. DOI: [10.1080/02670836.2019.1633726](https://doi.org/10.1080/02670836.2019.1633726).
  8. Akca E., Gursel A. A Review on Superalloys and IN718 Nickel-Based INCONEL Superalloy. *Periodicals of Engineering and Natural Sciences*, 2015, vol. 3, no. 1, pp. 15–27. DOI: [10.21533/pen.v3i1.43](https://doi.org/10.21533/pen.v3i1.43).
  9. Utyashev F.Z., Kaibyshev O.A., Valitov V.A. *Method for processing billets from multiphase alloys and the article*, patent US no. 6565683 B1, 2003. 14 p.
  10. Mulyukov R.R. Development of principles for the production and study of bulk nanostructured materials at the Institute of Applied Mathematics and Mathematics of the Russian Academy of Sciences. *Nanotechnologies in Russia*, 2007, vol. 2, no. 7-8, pp. 38–53. EDN: [IADHGZ](https://doi.org/10.1080/15475200701428882).
  11. Zhilyaev A.P., Pshenichnyuk A.I., Utyashev F.Z., Raab G.I. *Superplasticity and Grain Boundaries in Ultrafine-Grained Materials*. Cambridge, Woodhead Publishing, 2020. 440 p.
  12. Utyashev F.Z., Sukhorukov R.Yu., Valitov V.A. Theoretical Foundations of the Use of Severe Plastic Deformation for Formation of Ultrafine Grain Structure in Superalloys. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*, 2021, no. 3, pp. 72–79. DOI: [10.3103/S1052618821090144](https://doi.org/10.3103/S1052618821090144).
  13. Imaev V.M., Mukhtarov Sh.Kh., Logunov A.V., Ganeev A.A., Shakhov R.V., Imaev R.M. Effect of thermomechanical treatment on the microstructure and mechanical properties of a novel heavily alloyed nickel base superalloy. *Letters on Materials*, 2019, vol. 9, no. 2, pp. 249–254. DOI: [10.22226/2410-3535-2019-2-249-254](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-2-249-254).
  14. Chamanfar A., Valberg H.S., Templin B., Plumeri J.E., Misiolok W.Z. Development and validation of a finite-element model for isothermal forging of a nickel-base superalloy. *Materialia*, 2019, vol. 6, article number 100319. DOI: [10.1016/j.mtla.2019.100319](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2019.100319).
  15. Galieva E.V., Klassman E.Yu., Gabbasov R.R., Stepukhov E.M., Valitov V.A. Low-temperature superplastic deformation of EK61 and EP975 wrought nickel-based superalloys with an ultrafine-grained structure. *Letters on materials*, 2023, vol. 13, no. 1, pp. 79–84. DOI: [10.22226/2410-3535-2023-1-79-84](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2023-1-79-84).

16. Padmanabhan K.A., Balasivanandha S.P., Mulyukov R.R., Nazarov A.A., Imayev R.M., Ghosh S.Ch. *Superplasticity. Common Basis for a Near-Ubiquitous Phenomenon*. Berlin, Springer-Verlag GmbH Publ., 2018. 526 p. DOI: [10.1007/978-3-642-31957-0](https://doi.org/10.1007/978-3-642-31957-0).
17. Lv Shaomin, Jia Chonglin, He Xinbo, Wan Zhipeng, Li Xinxu, Qu Xuanhui. Superplastic Deformation and Dynamic Recrystallization of a Novel Disc Superalloy GH4151. *Materials*, 2022, vol. 12, no. 12, article number 3667. DOI: [10.3390/ma12223667](https://doi.org/10.3390/ma12223667).
18. Fedorov A.A., Bespalov A.V., Komarov R.S. Superplasticity of ZHS6-KP heat-resistant nickel alloy at high hydrostatic pressures. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2022, no. 1, pp. 67–75. DOI: [10.24412/0321-4664-2022-1-67-75](https://doi.org/10.24412/0321-4664-2022-1-67-75).
19. Wen Hongning, Jin Junsong, Tang Xuefeng et al. Systematic analysis of distinct flow characteristics and underlying microstructural evolution mechanisms of a novel fine-grained P/M nickel-based superalloy during isothermal compression. *Journal of Materials Science & Technology*, 2023, vol. 162, pp. 57–73. DOI: [10.1016/j.jmst.2023.03.042](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2023.03.042).
20. Lu X.D., Zhang Y.W., Shi S.Y., Wen B., Su X., Du J.H. Hot deformation behavior of hard-to-deform Ni-based Alloy. *Journal of Physics: Conference Series*, 2021, vol. 1777, article number 012006. DOI: [10.1088/1742-6596/1777/1/012006](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1777/1/012006).
21. Xu Xiao-yan, Ma Xiang-dong, Wang Hong, Ye Zhang, Chang Jian-wei, Xu Yao, Sun Guang-ai, Lu Wei-jie, Gao Yu-kui. Characterization of residual stresses and microstructural features in an Inconel 718 forged compressor disc. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2019, vol. 29, no. 3, pp. 569–578. DOI: [10.1016/S1003-6326\(19\)64965-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)64965-4).
22. Galieva E.V., Akhunova A.Kh., Valitov V.A., Klassman E.Yu. Computer and physical modeling of multiple isothermal forging of EK61 superalloy. *Letters on materials*, 2022, vol. 12, no. 3, pp. 243–248. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-3-243-248](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-3-243-248).

## Low-temperature superplastic deformation of the EK79 nickel-based superalloy with the mixed ultrafine-grained microstructure

© 2024

Elvina V. Galieva\*<sup>1</sup>, PhD (Engineering), researcherEkaterina Yu. Klassman<sup>2</sup>, postgraduate student, engineerVener A. Valitov<sup>3</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), leading researcher

Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa (Russia)

\*E-mail: [galieva\\_elvina\\_v@mail.ru](mailto:galieva_elvina_v@mail.ru)<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1074-6274><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1984-5137><sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1349-6047>

Received 22.09.2023

Accepted 03.11.2023

**Abstract:** One of the most effective ways to increase the processing plasticity of advanced superalloys (heat-resistant nickel-based alloys), is the formation of an ultrafine-grained (UFG) microstructure in bulk semi-finished products. Such a microstructure is a necessary condition for the manifestation of the structural superplasticity effect in the technological processes of manufacturing products from such superalloys. One of the most promising methods for producing UFG microstructures is thermomechanical treatment (TMT) according to the multiple isothermal forging scheme. It has been shown that the EK79 superalloy after TMT, with a gradual decrease in the processing temperature from 0.88 to 0.62 Ts (where Ts is the strengthening phase dissolution temperature) leads to the transformation of the initial microduplex fine-grained microstructure into a mixed UFG microstructure. Such a mixed UFG microstructure consists of: 1) relatively coarse (inherited from the fine-grain microstructure) particles –  $\gamma'$ -phase with a size of  $3.0 \pm 0.8 \mu\text{m}$ ; 2)  $\gamma$ -grains, and incoherent  $\gamma'$ -phase particles with a size of  $0.3\text{--}0.5 \mu\text{m}$ ; 3) strengthening coherent intragranular  $\gamma'$ -phase particles with a size of  $0.05\text{--}0.1 \mu\text{m}$ , released upon cooling from the TMT temperature to room temperature. During uniaxial compression tests, the EK79 superalloy with such microstructure, demonstrates low-temperature superplasticity in the temperature range of  $800\text{--}1000 \text{ }^\circ\text{C}$ . It has been found that an increase in the deformation temperature up to  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ , leads to the increase of  $\gamma$ -phase grains to micron size. The maintenance of superplastic properties in the presence of relatively coarse incoherent particles in the microstructure of the second phase ( $\gamma'$ -phase) is apparently related to the fact that the deformation is localised in the UFG component.

**Keywords:** heat-resistant nickel-based superalloy; EK79; strengthening phase; microduplex microstructure; ultrafine-grained microstructure; low-temperature superplasticity; thermomechanical treatment; uniaxial compression.

**Acknowledgements:** The work was financially supported by the Russian Science Foundation grant No. 22-79-00271, <https://www.rscf.ru/project/22-79-00271/>.

Electron microscopic study and mechanical tests were carried out on the base of Collaborative Access Center “Structural and Physical-Mechanical Study of Materials” of IMSP of RAS.

**For citation:** Galieva E.V., Klassman E.Yu., Valitov V.A. Low-temperature superplastic deformation of the EK79 nickel-based superalloy with the mixed ultrafine-grained microstructure. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 19–27. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-2](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-2).

**Научно-исследовательский институт прогрессивных технологий (НИИПТ)** – структурное подразделение Тольяттинского государственного университета.

### **НИИПТ сегодня**

- Более 60 сотрудников, в том числе 7 докторов и 14 кандидатов наук.
- 3 центра, 4 отдела, 19 лабораторий, оснащенных самым современным испытательным и исследовательским оборудованием на сумму свыше 500 млн руб.
- Аккредитация в 3 системах на испытания и исследования, в том числе в международной системе ILAC (орган по аккредитации лабораторий – Ассоциация аналитических Центров «Аналитика», полноправный член и участник соглашений о взаимном признании ILAC и APLAC).
- Основные направления: фундаментальные исследования в области физического материаловедения (разработка дизайна перспективных материалов, вопросы прочности, пластичности, коррозионной стойкости, усталостной прочности, коррозионного растрескивания под напряжением, повышения функциональных свойств поверхности) и химии (методы синтеза молекул, обладающих свойствами селективных флуоресцентных зондов); прикладные исследования и разработки в области неразрушающего контроля, микродугового окисления, изготовления литых изделий и др.; услуги по проведению испытаний и исследований различных материалов, металлографических экспертиз, экологических анализов, химического мониторинга окружающей среды.

### **Основные достижения НИИПТ**

- Реализованы 3 мегагранта по Постановлению Правительства РФ от 09.04.2010 № 220; 5 проектов ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы», в том числе три международных; в 2023 году реализуются 9 проектов Российского научного фонда и 2 госзадания, под патронажем НОЦ мирового уровня «Инженерия будущего» создана молодежная «Лаборатория дизайна магниевых сплавов».
- Ежегодно:
  - количество статей – свыше 35, из них половина – в профильных журналах уровня Q1 и Q2;
  - более 1500 протоколов испытаний и заключений по заявкам предприятий, арбитражных судов и прокуратуры.
- Инициатор и организатор проведения 10 международных школ «Физическое материаловедение» с участием ведущих ученых – материаловедов и металлофизиков, по материалам лекций которых издано 9 томов учебного пособия «Перспективные материалы».
- Международное сотрудничество с университетами городов Кумамото (Япония), Сеул (Южная Корея), Прага (Чехия), Фрайберг (Германия), академическое сотрудничество с ИФМ УрО РАН (Екатеринбург), ИПСМ РАН (Уфа), ИФПМ СО РАН (Томск) и др.; техническое сотрудничество более чем со 150 организациями реального сектора экономики.

## Влияние гафния на высокомагниевого сплавы, легированные переходными металлами, при термической обработке

© 2024

**Зорин Игорь Александрович**\*<sup>1,2,4</sup>, лаборант-исследователь, студент,  
инженер-электроник II категории лаборатории механических испытаний и электронной микроскопии  
**Арышенский Евгений Владимирович**<sup>2,5</sup>, доктор технических наук, доцент,  
старший научный сотрудник лаборатории электронной микроскопии и обработки изображений  
**Кудрявцев Егор Алексеевич**<sup>3,6</sup>, кандидат технических наук,  
научный сотрудник Центра коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"»  
**Дриц Александр Михайлович**<sup>1,7</sup>, кандидат технических наук,  
ведущий научный сотрудник  
**Коновалов Сергей Валерьевич**<sup>2,8</sup>, доктор технических наук, профессор,  
проректор по научной и инновационной деятельности

<sup>1</sup>Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара (Россия)

<sup>2</sup>Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк (Россия)

<sup>3</sup>Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород (Россия)

\*E-mail: zorin.ia@ssau.ru

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9349-2494>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3875-7749>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1113-0807>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9468-8736>

<sup>8</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4809-8660>

Поступила в редакцию 03.08.2023

Принята к публикации 20.11.2023

**Аннотация:** Целью работы является изучение влияния добавок гафния на механические свойства и термостабильность частиц при повышенной температуре термической обработки алюминиевых сплавов с высоким содержанием магния. Для изучения был выбран сплав 1570 в двух модификациях: без содержания гафния и с его добавкой 0,5 % по массе. Оба сплава были подвергнуты гомогенизационному отжигу при температуре 440 °С с различными режимами выдержки, которые составили от 2 до 100 ч. Для различных режимов термической обработки изучалась микротвердость, а также с помощью просвечивающей микроскопии исследовалась тонкая микроструктура. В результате удалось установить, что в процессе отжига при малом времени выдержки (2–8 ч) сплав с добавкой гафния имеет более высокие показатели микротвердости, превосходя показатели сплава 1570 в среднем на 20 HV. Это связано с тем, что в сплаве 1570 с добавками гафния при термообработке увеличивается количество выделяющихся частиц при одновременном уменьшении их среднего размера по сравнению с базовым сплавом. В то же время в сплаве 1570 без содержания гафния при его отжиге при температуре 440 °С роста микротвердости не происходит. Это обусловлено тем, что в сплаве 1570 без содержания гафния при остывании после литья происходит прерывистый распад, в результате которого большая часть скандия выделяется из пересыщенного твердого раствора в виде дисперсоидов. В сплаве с добавками гафния такого явления не наблюдается, что свидетельствует о его способности останавливать прерывистый распад в процессе охлаждения слитка после литья.

**Ключевые слова:** алюминиевые сплавы; переходные металлы; скандий; гафний; термообработка; упрочняющие наночастицы.

**Благодарности:** Исследование выполнено за счет гранта РФФИ № 22–29–01506, <https://rscf.ru/project/22-29-01506/>.

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"».

**Для цитирования:** Зорин И.А., Арышенский Е.В., Кудрявцев Е.А., Дриц А.М., Коновалов С.В. Влияние гафния на высокомагниевого сплавы, легированные переходными металлами, при термической обработке // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 29–36. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-3.

### ВВЕДЕНИЕ

Алюминиевые сплавы в настоящее время входят в число самых востребованных материалов во многих отраслях промышленности. Одной из самых популярных добавок в алюминиевые сплавы является магний, легирование которым приводит к существенному повышению прочностных свойств за счет твердорастворного упрочнения. Еще одной распространенной добавкой, повышающей механические свойства алюминиевых

сплавов, является скандий [1]. Его использование приводит к существенному измельчению зеренной структуры при литье [2–4]. Кроме того, он способствует росту прочности за счет формирования когерентных упрочняющих наночастиц  $Al_3Sc$ , имеющих структуру  $L1_2$  [5–7]. С учетом вышесказанного неудивительно, что совместное магниевое-скандиевое легирование весьма распространено в современной промышленности.

В то же время у использования скандия в качестве легирующего элемента есть определенные недостатки.

Во-первых, он очень дорог, а во-вторых, из-за высокой скорости его диффузии в алюминии наночастицы  $Al_3Sc$  имеют низкую термостабильность и быстро коагулируют при нагреве [8; 9]. Для повышения их термостабильности в сплавы добавляют цирконий, который создает вокруг  $Al_3Sc$  оболочку, препятствующую переходу  $L1_2$  в  $D0_{23}$  и распаду пересыщенного скандиевого раствора [10; 11]. Кроме того, цирконий уменьшает количество скандия, необходимого для эффективной модификации литой структуры [7; 12].

Именно на основе принципа совместного скандиево-циркониевого легирования был разработан ряд алюминиевых сплавов с высоким содержанием магния. Одним из них является весьма востребованный в современной промышленности сплав 1570. Еще более повысить эффективность упрочняющих частиц могли бы добавки гафния. Данный элемент также является эффективным измельчителем зерна [13]. Кроме того, он, как и цирконий, создает оболочку вокруг частиц  $Al_3Sc$ , препятствуя дальнейшей диффузии скандия, т. е. термостабилизирует их [10; 14].

Недавние исследования [15; 16] показали, что добавки гафния в сплав 1570 значительно замедляют распад пересыщенного твердого раствора. Так, в [16] выявлено, что при добавках 0,5 % гафния в сплав 1570 прерывистый распад пересыщенного твердого раствора в нем полностью прекращается. В исследовании [15] показано, что добавки гафния в сплав 1570 снижают количество выделяющихся из него наночастиц при отжиге с температурой 370 °C и времени выдержки 4 ч. Это также говорит о замедлении распада пересыщенного твердого раствора. Стоит отметить, что торможение распада пересыщенного твердого раствора при температуре 370 °C не будет давать преимуществ, так как из-за снижения количества наночастиц будут снижаться и прочностные характеристики сплава. Однако торможение скорости распада пересыщенного твердого раствора скандия в алюминии может быть полезным при более высоких температурах, когда частицы в сплаве 1570 начнут коагулировать и коалесцировать, утрачивая тем самым свой упрочняющий эффект. В то же время добавки гафния позволяют термостабилизировать наночастицы, тем самым повысив прочностные свойства. Отметим, что повышение термостабильности частиц очень важно, так как позволит повысить температуру горячей деформации. Это, в свою очередь, увеличит пластичность материала и улучшит энергоэффективность горячей прокатки [17].

Цель работы – изучение влияния добавок гафния на механические свойства и термостабильность частиц  $Al_3Sc$  при повышенной температуре термической обработки высокомагниевого алюминиевого сплава.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследования влияния гафния на формирование микроструктуры и механических свойств на протяжении высокотемпературного отжига катаных образцов из алюминиевых сплавов с высоким содержанием магния были отлиты сплавы 1570 и 1570 (+0,5 % вес. Hf). Для отливки слитков исследуемых сплавов использовали индукционную печь средней частоты, слитки размерами 20×40×400 мм и массой 5 кг отливали в стальной кокиль с последующим их охлаждением в воде.

В качестве шихты для сплава использовались следующие материалы: алюминий марки А85, магний марки МГ90, лигатура марок Al–Sc<sub>2</sub>, Al–Zr<sub>5</sub>, Al–Hf<sub>2</sub> и легирующие таблетки марки Mn<sub>90</sub>Al<sub>10</sub>. В первую очередь производилась загрузка алюминия и его плавление. После расплавления алюминия и достижения температуры 730 °C производилось снятие шлака с поверхности расплава. Далее расплав нагревался до температуры 770–790 °C и производилась присадка лигатур AlSc<sub>2</sub>, AlZr<sub>5</sub>, Al–Hf<sub>2</sub> порциями массой не более 300 г с последующим перемешиванием и выдержкой расплава в течение 5 мин. После введения упомянутых выше лигатур расплав охлаждался до температуры 750 °C, после этого осуществлялась присадка новых легирующих компонентов (Mg, Mn). Далее производилось перемешивание расплава в течение 3 мин с последующим нагревом расплава до температуры 740 °C и отбор пробы на экспресс-анализ химического состава плавки. Химический состав сплавов (таблица 1) определялся спектральным методом на атомно-эмиссионном спектрометре ARL 3460 (ГОСТ 25086, ГОСТ 7727, ГОСТ 3221, ASTM E 716, ASTM E 1251). Содержание Hf устанавливалось расчетным путем ввиду отсутствия стандартных образцов. Перед заливкой расплавленного металла в литейную форму его рафинировали карналитовым флюсом, вводимым из расчета 5 г на 1 кг шихты. После этого с поверхности расплавленного металла снимался шлак, и металл заливался в стальной кокиль при равномерном времени заливки 20–30 с при температуре расплава 730–750 °C. После затвердевания слиток извлекался из кокиля и охлаждался в воде.

Отжиг слитков производился в муфельной электрической печи при температуре 440 °C и выдержке 2, 4, 8, 16, 24, 48, 72 и 100 ч с последующей закалкой в воде для фиксации пересыщенного твердого раствора.

Микротвердость исследуемого сплава измерялась на автоматическом микротвердомере Wolpert 402MVD в соответствии с ГОСТ 9450–76 при нагрузке 0,2 Н и времени выдержки 10 с. Прежде чем приступить к испытаниям, одну из поверхностей плоскопараллельного образца подвергли шлифовке и полировке.

Таблица 1. Химический состав исследуемых сплавов  
Table 1. Chemical composition of the studied alloys

Сплав	Al	Si	Fe	Mn	Mg	Ti	Zr	Sc	Hf
1570	основа	0,13	0,21	0,44	6,25	0,02	0,06	0,25	–
1570–0,5Hf	основа	0,12	0,22	0,45	6,29	0,04	0,06	0,25	0,5

Методом просвечивающей микроскопии на микроскопе JEM-2100 (JEOL, Япония), оборудованном приставкой энергодисперсионного анализа INCA (Oxford Instruments, Великобритания), были исследованы образцы для обоих рассматриваемых в работе сплавов после 4 ч выдержки при температурах 370 и 440 °С. Пробоподготовка образцов для просвечивающей электронной микроскопии проводилась в несколько этапов. На первом этапе выполнялась резка двух заготовок под фольги толщиной 500 мкм при помощи электроэрозионного станка Sodick (Sodick Co., Ltd, Япония). Указанная толщина обусловлена возможной деформацией и выгибанием фольг в ходе резки из-за возможного наличия внутренних напряжений в образцах. Далее полученные заготовки механически утонялись до толщины ~120 мкм при помощи наждачных кругов Grid 2000 (Struers, Дания). Из полученных заготовок специальным пунсоном выдавливались диски диаметром 3 мм и помещались в установку электролитического утонения TenuPol-5 (Struers, Дания). Утонение осуществлялось при температуре –30 °С в электролите следующего состава: 75 % CH<sub>3</sub>OH, 25 % HNO<sub>3</sub>. В результате из каждого из 6 состояний было получено не менее 5 образцов фольг для ПЭМ. Исследование тонкой структуры образцов производилось на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM-2100 (JEOL, Япония) с ускоряющим напряжением 200 кВ, оснащенный приставкой EDX-анализа INCA (Oxford Instruments, Великобритания). Полученные фольги сразу же помещались в двунаклонный держатель ПЭМ с возможностью наклона на ±30° по двум осям. Ввиду малого размера частиц (5–10 нм) съемка проводилась при увеличении ×200 000 и длительной выдержке (около 1 мин), что позволяло произвести достоверную фиксацию даже столь малых когерентных частиц. На полученных снимках учитывались число частиц и их химический состав при помощи EDX-детектора.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Ниже представлены изменения микротвердости исследуемых сплавов. Согласно рис. 1 механические характеристики сплава 1570 в целом остаются неизменными и находятся в диапазоне значений в 82–89 HV. Это говорит о том, что все упрочняющие частицы Al<sub>3</sub>(Sc,Zr), обладающие когерентной структурой L1<sub>2</sub>, выпадают в процессе прерывистого распада, и на последующих стадиях термической обработки их образования не происходит.

В то же время сплав, легированный гафнием, показывает наибольший прирост микротвердости в интервале 2–8 ч. Это связано с тем, что в указанных временных промежутках начинается активный распад пересыщенного твердого раствора и выделение упрочняющих частиц типа Al<sub>3</sub>Sc. После 16 ч выдержки у сплава с добавкой гафния наблюдается спад показателей микротвердости, что, вероятно, связано с началом потери когерентности и коалесценции частиц типа Al<sub>3</sub>Sc.

Методами просвечивающей микроскопии после отжига при 440 °С длительностью 4 ч в обоих сплавах была исследована тонкая структура. Этот режим отжига выбран, так как, согласно данным микротвердости (рис. 1), наибольший ее прирост наблюдался в интерва-

ле от 2 до 8 ч. Поэтому именно при таких режимах термообработки ожидается выделение наибольшего количества упрочняющих наночастиц. Результаты просвечивающей электронной микроскопии для сплава 1570 после отжига при 440 °С длительностью 4 ч представлены на рис. 2.

Сверхструктурные рефлексы L1<sub>2</sub> в сплаве 1570 видны довольно отчетливо, что говорит о наличии когерентных алюминиевой матрице наночастиц Al<sub>3</sub>Sc. Представленные на рис. 2 б данные свидетельствуют о наличии крупных (около 1 мкм) частиц, выделившихся в структуре сплава. Данные частицы близки по своему химическому составу к Al<sub>6</sub>(Mn,Fe) (рис. 3) и, как и Al<sub>3</sub>Sc, появляются при распаде пересыщенного твердого раствора, так как данный сплав содержит Mn и Fe. Стоит отметить, что железо в алюминиевых сплавах является неизбежной примесью.

Наночастицы Al<sub>3</sub>Sc также наблюдаются в сплаве 1570 при его нагреве до температуры 440 °С. На рис. 2 в в сплаве 1570 отмечается преобладание частиц с размерами в интервале от 1,6 до 13,3 нм. Это указывает на преимущественно мелкодисперсную фазу в данном образце, однако наблюдаются и более крупные, более 25 нм, частицы. В целом средний размер частиц составляет 11,4 нм, а их средняя плотность – 2,2·10<sup>10</sup> см<sup>-2</sup>. При этом нужно отметить, что частицы в объеме зерен распределены очень неравномерно, что наблюдается на рис. 2 с, 2 d. Можно предположить, что это является следствием прерывистого распада при остывании литой заготовки в данном сплаве.

В представленном состоянии (рис. 4) сверхструктурные рефлексы видны не столь отчетливо, однако они присутствуют, что связано со снижением коэффициента диффузии скандия в алюминии при легировании сплавов гафнием. Можно наблюдать достаточно большое число относительно крупных частиц (рис. 4 б). Данные частицы также являются близкими по химическому составу к Al<sub>6</sub>(Mn,Fe) (рис. 3 и таблица 2) и объясняются наличием в сплаве марганца и железа.

В сплаве 1570–0,5Hf преобладают частицы с размерами в диапазоне от 5,2 до 14,5 нм (рис. 4 в). При этом на снимках в темном поле также отмечается выделение частиц более 25 нм. Средний размер частиц в данном сплаве составляет 10,5 нм, а плотность распределения – 2,6·10<sup>10</sup> см<sup>-2</sup>. При этом неравномерность распределения частиц внутри объема зерна несколько снижается.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Отметим, что сравнение среднего размера частиц, наблюдавшихся в сплаве 1570 после литья в [18] и полученных в данном исследовании после нагрева при температуре 440 °С со временем выдержки 4 ч, говорит о том, что термическая обработка практически не изменяет количество и размер частиц. И в том и в другом случае их размер находится в районе 10 нм. Это и приводит к тому, что микротвердость данного сплава не изменяется со временем. Последнее происходит ввиду того, что основная доля скандия выделяется при непрерывном распаде пересыщенного твердого раствора в ходе остывания слитка при литье, а также при образовании первичных интерметаллидов при кристаллизации данного сплава [16]. Поэтому для процесса непрерывного распада

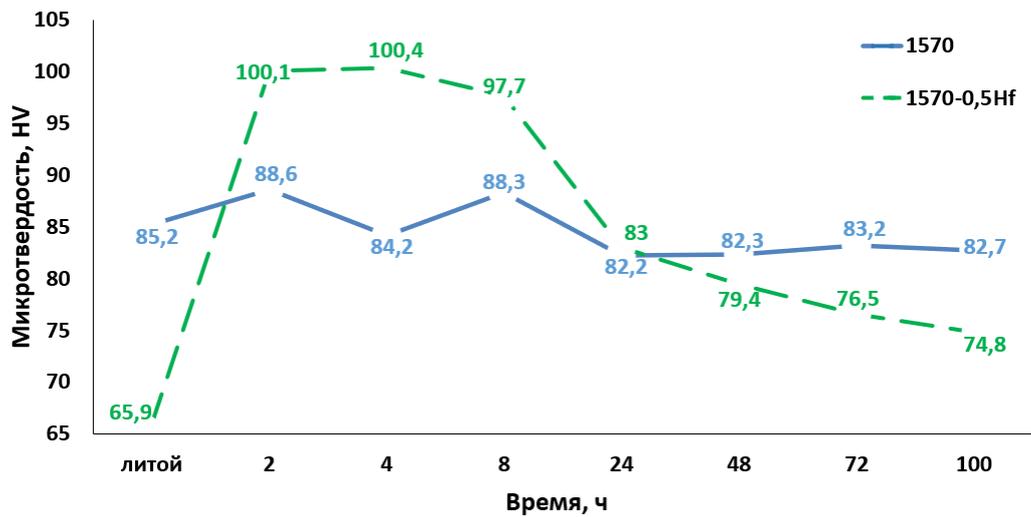


Рис. 1. Изменение микротвердости при отжиге 440 °С  
 Fig. 1. Change in microhardness during 440 °C annealing

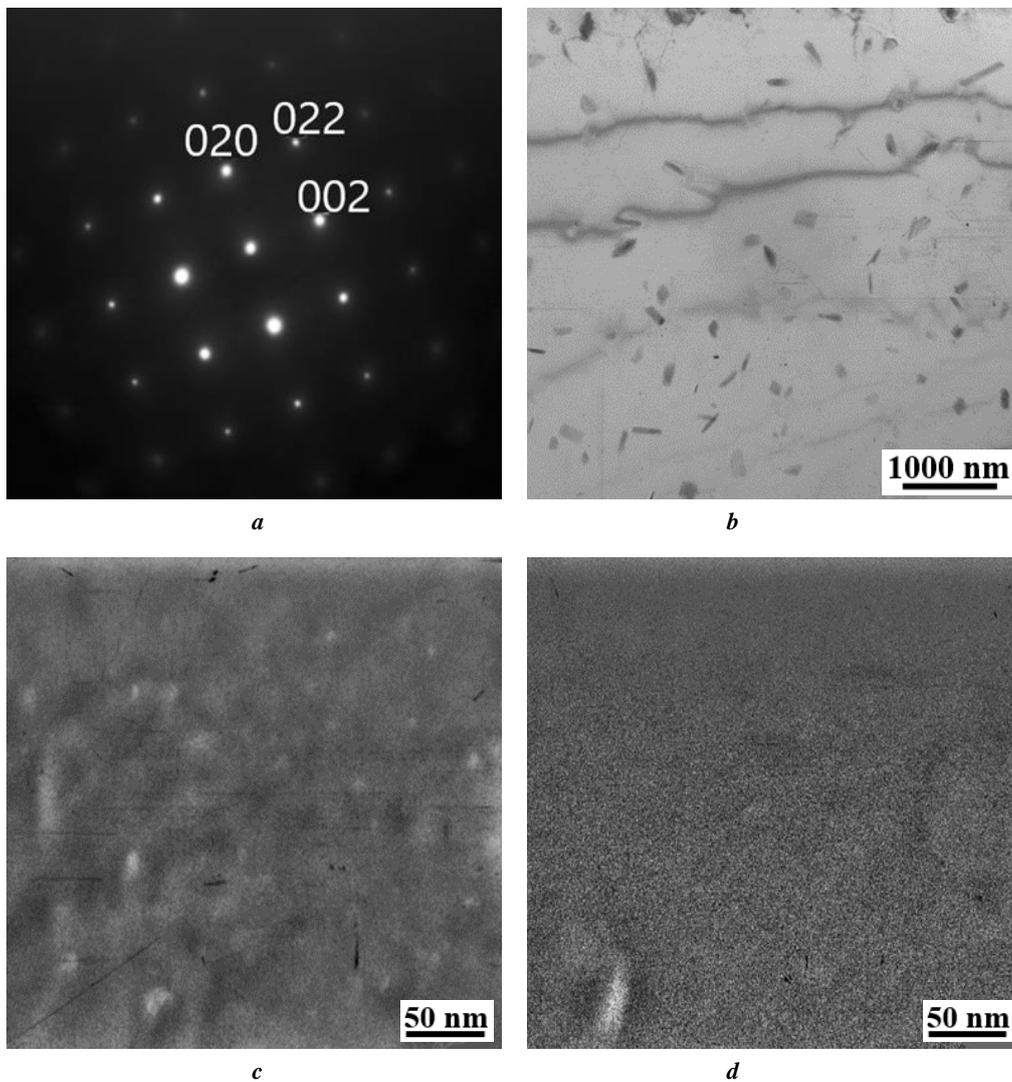
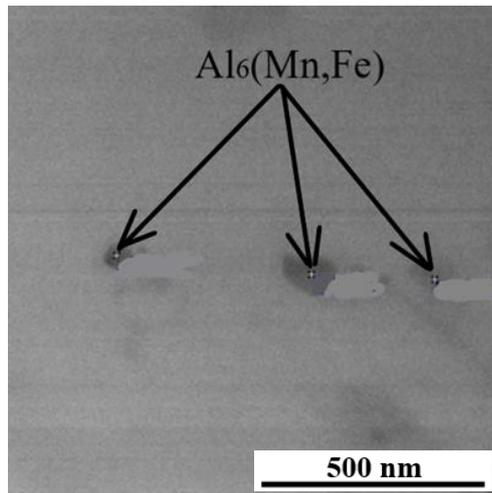
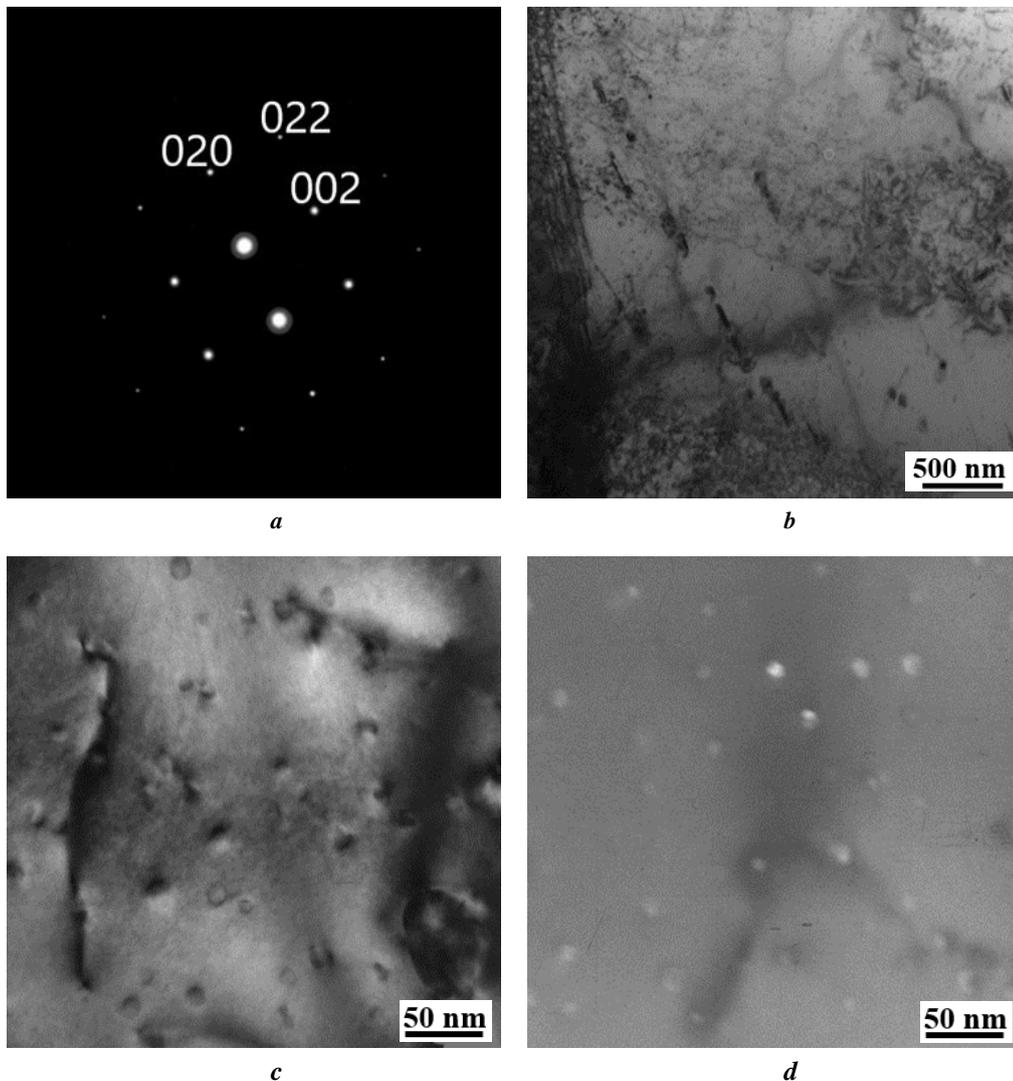


Рис. 2. Тонкая структура сплава 1570 при отжиге при 440 °С длительностью 4 ч:  
 a – микродифракция в оси зоны [001]; b – светлое поле, ×20 000; c, d – темное поле ×200 000  
 Fig. 2. Fine structure of 1570 alloy during 440 °C annealing with a duration of 4 h:  
 a – microdiffraction in the zone axis [001]; b – bright field, ×20,000; c, d – dark field, ×200,000



**Рис. 3.** Участки анализа локального химического состава в образце сплава 1570 при отжиге 440 °С длительностью 4 ч  
**Fig. 3.** Areas of analysis of local chemical composition in a sample of 1570 alloy during 440 °C annealing with a duration of 4 h



**Рис. 4.** Тонкая структура сплава 1570–0,5Hf при отжиге при 440 °С длительностью 4 ч:  
*a* – микродифракция в оси зоны [001]; *b* – светлое поле, ×20 000; *c, d* – темное поле, ×200 000  
**Fig. 4.** Fine structure of 1570–0.5Hf alloy during 440 °C annealing with a duration of 4 h:  
*a* – microdiffraction in the zone axis [001]; *b* – bright field, ×20,000; *c, d* – dark field, ×200,000

**Таблица 2.** Локальный химический состав частиц в образце сплава 1570 при отжиге 440 °С длительностью 4 ч, ат. %  
**Table 2.** Local chemical composition of the particles in the 1570 alloy sample during 440 °С annealing with a duration of 4 h, at. %

Химические элементы	Al	Mn	Fe
Исследуемые спектры	77,84	10,6	11,4

пересыщенного твердого раствора при нагреве данного сплава скандия уже не хватает, и количество частиц не изменяется. Можно предположить, что цирконий все еще достаточно активно блокирует рост частиц при отжиге 440 °С в течение 4 ч, что не противоречит данным [19].

Стоит отметить, что образовавшиеся в ходе распада частицы тоже могут быть когерентными и вносить достаточно большой вклад в упрочнение [8]. В данном случае их упрочняющее действие подтверждается тем, что микротвердость после литья значительно выше в сплаве 1570, содержащем образовавшиеся в результате прерывистого распада наночастицы, чем в сплаве 1570 с 0,5 % содержанием гафния, в котором они в данном состоянии отсутствуют [10].

Резкий рост микротвердости при термообработке сплава 1570 с 0,5 % содержанием гафния объясняется тем, что в нем начинаются активные процессы выделения частиц  $Al_3Sc$  из пересыщенного твердого раствора. Это происходит потому, что, в отличие от сплава 1570, в нем сохраняется достаточно скандия для непрерывного распада. Отметим, что существует несколько возможных причин подавления прерывистого распада пересыщенного твердого раствора с помощью гафния [16]. Не останавливаясь на гипотезах подробно, можно констатировать, что отсутствие прерывистого распада в сплавах при легировании гафнием позволяет активизировать образование наночастиц  $Al_3Sc$ , что в результате и ведет к росту микротвердости. Более высокие свойства сплава 1570–0,5Hf в целом объясняются большим количеством наночастиц и их более равномерным выделением. Более мелкодисперсное распределение наночастиц в принципе отличает твердый раствор при непрерывном распаде от прерывистого [8]. При дальнейшем нагреве в течение нескольких часов микротвердость остается на прежнем уровне, а значит, наночастицы сохраняют свои размеры и количество. Однако после выдержки больше 8 ч микротвердость начинает падать, что говорит о процессе коагуляции. Потом ее падение значительно замедляется, что указывает на торможение процессов коагуляции. Более низкие значения микротвердости в сплаве 1570–0,5Hf при долгой выдержке могут объясняться тем, что в нем для процесса коалесценции доступно большее количество частиц, чем в сплаве 1570. Таким образом, добавки гафния позволяют обеспечить существенное преимущество в прочностных свойствах в течение первых 8–10 ч нагрева, однако затем оно утрачивается. Следует также отметить, что дальнейшее изучение влияния добавок гафния на термостабильность частиц  $Al_3Sc$  следует производить в малолегированных алюминиевых сплавах (возможно, при меньшем содержании скандия

и циркония), позволяющих растворить продукты прерывистого распада. Это позволит отделить влияние роста прочностных свойств в результате торможения прерывистого распада в ходе процесса рекристаллизации от эффекта, получаемого за счет увеличения термостабильности наночастиц  $Al_3Sc$ .

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Добавки гафния положительно влияют на свойства сплава 1570 при термической обработке. Гафний препятствует процессу прерывистого распада пересыщенного твердого раствора как в процессе охлаждения слитка после кристаллизации, так и в процессе последующей термической обработки.

2. Установлено, что в сплаве 1570 с добавками гафния при термообработке увеличивается общая доля частиц при одновременном уменьшении их среднего размера в сравнении с исходным сплавом 1570.

3. Наиболее удачным режимом отжига для сплавов с добавками гафния при температуре 440 °С являются временные отрезки 2–8 ч, что обусловлено выделением из пересыщенного твердого раствора упрочняющих частиц  $Al_3Sc$ , в то время как для сплава 1570 показатели микротвердости остаются неизменными вследствие того, что все наноразмерные дисперсоиды выделяются в ходе прерывистого распада твердого раствора.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ри Э.Х., Ри Х., Деев В.Б., Колисова М.В. Влияние скандия на структурообразование, ликвационные процессы и свойства литейного алюминиевого сплава АМ4,5Кд // Цветные металлы. 2019. № 7. С. 78–85. DOI: [10.17580/tsm.2019.07.10](https://doi.org/10.17580/tsm.2019.07.10).
2. Захаров В.В., Фисенко И.А., Кунынская Т.М. Перспективы легирования алюминиевых сплавов скандием // Технология легких сплавов. 2020. № 1. С. 28–34. EDN: [PDWRPX](https://doi.org/10.17580/tsm.2020.01.10).
3. Lei Zhiguo, Wen Shengping, Huang Hui, Wei Wu, Nie Zuoren. Grain Refinement of Aluminum and Aluminum Alloys by Sc and Zr // Metals. 2023. Vol. 13. № 4. Article number 751. DOI: [10.3390/met13040751](https://doi.org/10.3390/met13040751).
4. Li Qinglin, Zhang Yushi, Lan Yefeng, Pei Ruijie, Feng Xiangyu, Xia Tiandong, Liu Dexue. Effect of scandium addition on microstructure and mechanical properties of as-cast Al–5%Cu alloys // Vacuum. 2020. Vol. 177. Article number 109385. DOI: [10.1016/j.vacuum.2020.109385](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109385).
5. Yu Kun, Li Wenxian, Li Songrui, Zhao Jun. Mechanical properties, and microstructure of aluminum alloy 2618

- with Al<sub>3</sub>(Sc, Zr) phases // *Materials Science and Engineering: A*. 2004. Vol. 368. № 1-2. P. 88–93. DOI: [10.1016/j.msea.2003.09.092](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.09.092).
6. Рохлин Л.Л., Бочвар Н.Р., Тарытина И.Е. Влияние скандия совместно с цирконием на рекристаллизацию алюминиевых сплавов системы Al–Mg<sub>2</sub>Si // *Металлы*. 2015. № 3. С. 51–59. EDN: [TNZOKN](https://www.elibrary.ru/tnzokn).
  7. Davydov V.G., Elagin V.I., Zakharov V.V., Rostova T.D. About scandium and zirconium additions in aluminium alloys // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 1996. № 8. С. 25–30. EDN: [MOVQJR](https://www.elibrary.ru/movqjr).
  8. Захаров В.В. Влияние скандия на структуру и свойства алюминиевых сплавов // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2003. № 7. С. 7–15. EDN: [QIWYNV](https://www.elibrary.ru/qiwynv).
  9. Захаров В.В. Кинетика распада твердого раствора скандия в алюминии в двойных сплавах Al–Sc // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2015. № 7. С. 44–48. EDN: [UAVTYF](https://www.elibrary.ru/uavtyf).
  10. Forbord B., Lefebvre W., Danoix F., Hallem H., Marthinsen K. Three-dimensional atom probe investigation on the formation of Al<sub>3</sub>(Sc, Zr)-dispersoids in aluminium alloys // *Scripta materialia*. 2004. Vol. 51. № 4. P. 333–337. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2004.03.033](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.03.033).
  11. Zakharov V.V. Stability of the solid solution of scandium in aluminum // *Metal Science and Heat Treatment*. 1997. Vol. 39. № 1-2. P. 61–66. DOI: [10.1007/bf02467664](https://doi.org/10.1007/bf02467664).
  12. Røyset J., Ryum N. Scandium in aluminium alloys // *International Materials Reviews*. 2005. Vol. 50. № 1. P. 19–44. DOI: [10.1179/174328005X14311](https://doi.org/10.1179/174328005X14311).
  13. Li Hong-ying, Li De-wang, Zhu Zhi-xiang, Chen Bao-an, Chen Xin, Yang Chang-long, Zhang Hong-yu, Kang Wei. Grain refinement mechanism of as-cast aluminum by hafnium // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2016. Vol. 26. № 12. P. 3059–3069. DOI: [10.1016/S1003-6326\(16\)64438-2](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(16)64438-2).
  14. Jia Zhi-Hong, Huang Hui-Lan, Wang Xue-Li, Xing Yuan, Liu Qing. Hafnium in aluminum alloys: a review // *Acta Metallurgica Sinica*. 2016. Vol. 29. P. 105–119. DOI: [10.1007/s40195-016-0379-0](https://doi.org/10.1007/s40195-016-0379-0).
  15. Дриц А.М., Арышенский Е.В., Кудрявцев Е.А., Зорин И.А., Коновалов С.В. Исследование распада пересыщенного твердого раствора в высокомагние- вых алюминиевых сплавах со скандием, легированных гафнием // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 4. С. 38–48. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-4-38-48](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-4-38-48).
  16. Зорин И.А., Арышенский Е.В., Дриц А.М., Коновалов С.В., Комаров В.С. Влияние гафния на литую микроструктуру в сплаве 1570 // *Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия*. 2023. Т. 29. № 1. С. 56–65. DOI: [10.17073/0021-3438-2023-1-56-65](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-1-56-65).
  17. Яшин В.В., Рушиц С.В., Арышенский Е.В., Латушкин И.А. Реологические свойства деформируемых алюминиевых сплавов 01570 и AA5182 в условиях горячей деформации // *Цветные металлы*. 2019. № 3. С. 64–69. DOI: [10.17580/tsm.2019.03.09](https://doi.org/10.17580/tsm.2019.03.09).
  18. Зорин И.А., Дриц А.М., Арышенский Е.В., Коновалов С.В., Гречников Ф.В., Комаров В.С. Влияние переходных металлов на микроструктурную композицию алюминиевых сплавов в литом состоянии // *Фундаментальные проблемы современного матери- аловедения*. 2022. Т. 19. № 4. С. 520–531. DOI: [10.25712/ASTU.1811-1416.2022.04.011](https://doi.org/10.25712/ASTU.1811-1416.2022.04.011).
  19. Захаров В.В. О совместном легировании алюминий- ных сплавов скандием и цирконием // *Металловеде- ние и термическая обработка металлов*. 2014. № 6. С. 3–8. EDN: [SJXNSD](https://www.elibrary.ru/sjxnsd).

## REFERENCES

1. Ri E.Kh., Ri Kh., Deev V.B., Kolisova M.V. Effect of scandium on the structure, segregation and properties of the aluminium cast alloy AM4.5CD. *Tsvetnye metally*, 2019, no. 7, pp. 78–85. DOI: [10.17580/tsm.2019.07.10](https://doi.org/10.17580/tsm.2019.07.10).
2. Zakharov V.V., Fisenko I.A., Kunyavskaya T.M. Prospects of alloying of aluminium alloys with scandium. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2020, no. 1, pp. 28–34. EDN: [PDWRPX](https://www.elibrary.ru/pdwrpx).
3. Lei Zhiguo, Wen Shengping, Huang Hui, Wei Wu, Nie Zuoren. Grain Refinement of Aluminum and Aluminum Alloys by Sc and Zr. *Metals*, 2023, vol. 13, no. 4, article number 751. DOI: [10.3390/met13040751](https://doi.org/10.3390/met13040751).
4. Li Qinglin, Zhang Yushi, Lan Yefeng, Pei Ruijie, Feng Xiangyu, Xia Tiandong, Liu Dexue. Effect of scandium addition on microstructure and mechanical properties of as-cast Al–5%Cu alloys. *Vacuum*, 2020, vol. 177, article number 109385. DOI: [10.1016/j.vacuum.2020.109385](https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2020.109385).
5. Yu Kun, Li Wenxian, Li Songrui, Zhao Jun. Mechanical properties, and microstructure of aluminum alloy 2618 with Al<sub>3</sub>(Sc, Zr) phases. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 368, no. 1-2, pp. 88–93. DOI: [10.1016/j.msea.2003.09.092](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.09.092).
6. Rokhlin L.L., Bochvar N.R., Tarytina I.E. Joint effect of scandium and zirconium on the recrystallization of aluminum Al–Mg<sub>2</sub>Si alloys. *Russian metallurgy (Metally)*, 2015, vol. 2015, no. 5, pp. 381–388. DOI: [10.1134/S0036029515050134](https://doi.org/10.1134/S0036029515050134).
7. Davydov V.G., Elagin V.I., Zakharov V.V., Rostova T.D. About scandium and zirconium additions in aluminium alloys. *Metal Science and Heat Treatment*, 1996, vol. 38, no. 7-8, pp. 347–352. DOI: [10.1007/bf01395323](https://doi.org/10.1007/bf01395323).
8. Zakharov V.V. The effect of scandium on the structure and properties of aluminum alloys. *Metal Science and Heat Treatment*, 2003, vol. 45, no. 7-8, pp. 246–253. DOI: [10.1023/A:1027368032062](https://doi.org/10.1023/A:1027368032062).
9. Zakharov V.V. Kinetics of decomposition of the solid solution of scandium in aluminum in binary Al–Sc alloys. *Metal Science and Heat Treatment*, 2015, vol. 57, no. 7-8, pp. 410–414. DOI: [10.1007/s11041-015-9897-z](https://doi.org/10.1007/s11041-015-9897-z).
10. Forbord B., Lefebvre W., Danoix F., Hallem H., Marthinsen K. Three-dimensional atom probe investigation on the formation of Al<sub>3</sub>(Sc, Zr)-dispersoids in aluminium alloys. *Scripta materialia*, 2004, vol. 51, no. 4, pp. 333–337. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2004.03.033](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.03.033).
11. Zakharov V.V. Stability of the solid solution of scandium in aluminum. *Metal Science and Heat Treatment*, 1997, vol. 39, no. 1-2, pp. 61–66. DOI: [10.1007/bf02467664](https://doi.org/10.1007/bf02467664).
12. Røyset J., Ryum N. Scandium in aluminium alloys. *International Materials Reviews*, 2005, vol. 50, no. 1, pp. 19–44. DOI: [10.1179/174328005X14311](https://doi.org/10.1179/174328005X14311).
13. Li Hong-ying, Li De-wang, Zhu Zhi-xiang, Chen Bao-an, Chen Xin, Yang Chang-long, Zhang Hong-yu, Kang Wei. Grain refinement mechanism of as-cast aluminum by hafnium. *Transactions of Nonferrous Metals*

- Society of China*, 2016, vol. 26, no. 12, pp. 3059–3069. DOI: [10.1016/S1003-6326\(16\)64438-2](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(16)64438-2).
14. Jia Zhi-Hong, Huang Hui-Lan, Wang Xue-Li, Xing Yuan, Liu Qing. Hafnium in aluminum alloys: a review. *Acta Metallurgica Sinica*, 2016, vol. 29, pp. 105–119. DOI: [10.1007/s40195-016-0379-0](https://doi.org/10.1007/s40195-016-0379-0).
15. Drits A.M., Aryshenskiy E.V., Kudryavtsev E.A., Zorin I.A., Konovalov S.V. The study of supersaturated solid solution decomposition in magnesium-rich aluminum alloys with scandium and hafnium additions. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 4, pp. 38–48. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-4-38-48](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-4-38-48).
16. Zorin I.A., Aryshenskiy E.V., Drits A.M., Konovalov S.V., Komarov V.S. Effect of hafnium on cast microstructure in alloy 1570. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Tsvetnaya metallurgiya*, 2023, vol. 29, no. 1, pp. 56–65. DOI: [10.17073/0021-3438-2023-1-56-65](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-1-56-65).
17. Yashin V.V., Rushchits S.V., Aryshenskiy E.V., Latushkin I.A. Rheological behavior of 01570 and AA5182 wrought aluminum alloys under hot deformation conditions. *Tsvetnye metally*, 2019, no. 3, pp. 64–69. DOI: [10.17580/tsm.2019.03.09](https://doi.org/10.17580/tsm.2019.03.09).
18. Zorin I.A., Drits A.M., Aryshenskiy E.V., Konovalov S.V., Grechnikov F.V., Komarov V.S. Effect of transition metals on as-cast aluminum alloys microstructure composition. *Fundamentalnye problemy sovremenogo materialovedeniya*, 2022, vol. 19, no. 4, pp. 520–531. DOI: [10.25712/ASTU.1811-1416.2022.04.011](https://doi.org/10.25712/ASTU.1811-1416.2022.04.011).
19. Zakharov V.V. About joint alloying of aluminum alloys with scandium and zirconium. *Metal Science and Heat Treatment*, 2014, vol. 56, no. 5-6, pp. 281–286. DOI: [10.1007/s11041-014-9746-5](https://doi.org/10.1007/s11041-014-9746-5).

## The influence of hafnium on high-magnesium alloys doped with transition metals during heat treatment

© 2024

**Igor A. Zorin**<sup>1,2,4</sup>, laboratory assistant-researcher, student, II category electronic engineer of the Laboratory of Mechanical Testing and Electron Microscopy

**Evgeny V. Aryshenskiy**<sup>2,5</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor, senior researcher of the Laboratory of Electron Microscopy and Image Processing

**Egor A. Kudryavtsev**<sup>3,6</sup>, PhD (Engineering), researcher of the Common Use Center “Technologies and Materials of the National Research University BelSU”

**Aleksandr M. Drits**<sup>1,7</sup>, PhD (Engineering), leading researcher

**Sergey V. Konovalov**<sup>2,8</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Pro-rector for Research and Innovative Activities

<sup>1</sup>Samara National Research University, Samara (Russia)

<sup>2</sup>Siberian State Industrial University, Novokuznetsk (Russia)

<sup>3</sup>Belgorod State National Research University, Belgorod (Russia)

\*E-mail: [zorin.ia@ssau.ru](mailto:zorin.ia@ssau.ru)

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9349-2494>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3875-7749>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1113-0807>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9468-8736>

<sup>8</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4809-8660>

Received 03.08.2023

Accepted 20.11.2023

**Abstract:** The purpose of the work is to study the influence of hafnium additives on the mechanical properties and thermal stability of particles at elevated temperature during heat treatment of aluminum alloys with a high magnesium content. Two modifications of 1570 alloy were chosen for the study: without hafnium content and with its addition of 0.5 % by weight. Both alloys were subjected to homogenizing annealing at a temperature of 440 °C with different exposure modes, which ranged from 2 to 100 h. Microhardness was studied for various heat treatment modes, and the fine microstructure was studied as well using transmission microscopy. As a result, it was possible to identify that during annealing at a short exposure time (2–8 h), the alloy with the hafnium addition has higher microhardness values exceeding those of 1570 alloy by an average of 20 HV units. This is associated with the fact that in 1570 alloy with hafnium additives, during heat treatment, the number of precipitated particles increases while their average size decreases compared to the base alloy. At the same time, in 1570 alloy without hafnium content, when annealed at a temperature of 440 °C, there is no increase in microhardness. This is caused by the fact that in 1570 alloy without hafnium content, when cooled after casting, discontinuous decomposition occurs, which resulted in the fact that most of the scandium precipitates from the supersaturated solid solution in the form of dispersoids. This phenomenon is not observed in the alloy with hafnium additives, which indicates its ability to stop discontinuous decomposition during cooling the ingot after casting.

**Keywords:** aluminum alloys; transition metals; scandium; hafnium; heat treatment; strengthening nanoparticles.

**Acknowledgments:** The study was supported by the grant of the Russian Science Foundation No. 22–29–01506, <https://rscf.ru/project/22-29-01506/>.

The work was carried out using the equipment of the Common Use Center “Technologies and Materials of the National Research University BelSU”.

**For citation:** Zorin I.A., Aryshenskiy E.V., Kudryavtsev E.A., Drits A.M., Konovalov S.V. The influence of hafnium on high-magnesium alloys doped with transition metals during heat treatment. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 29–36. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-3](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-3).

## Особенности эволюции микроструктуры при температурно-скоростном деформировании магниевого сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y

© 2024

*Кудашева Кристина Камильевна\**, инженер НИИ прогрессивных технологий  
*Линдеров Михаил Леонидович*<sup>1</sup>, кандидат физико-математических наук,  
старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий  
*Брилевский Александр Игоревич*<sup>2</sup>, младший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий  
*Данюк Алексей Валериевич*<sup>3</sup>, кандидат физико-математических наук,  
старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий  
*Ясников Игорь Станиславович*<sup>4</sup>, доктор физико-математических наук, доцент,  
профессор кафедры «Общая и теоретическая физика»,  
ведущий научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий  
*Мерсон Дмитрий Львович*<sup>5</sup>, доктор физико-математических наук, профессор,  
директор НИИ прогрессивных технологий

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

\*E-mail: a.abdugaffarova@gmail.com

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8655-4191>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5780-6094>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7352-9947>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6120-7836>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Поступила в редакцию 15.06.2023

Принята к публикации 26.07.2023

**Аннотация:** Биосовместимость делает сплавы магния привлекательными функциональными материалами с точки зрения их использования в качестве биорезорбируемых имплантатов. Однако технологии изготовления полуфабрикатов несут в себе возможное варьирование локальной скорости деформации и температуры в достаточно широком диапазоне, что сказывается на структуре и свойствах обрабатываемого материала. Цель исследования состоит в определении диапазона температур и стойкостей деформации, при которых не происходит отрицательного влияния на основные структурные характеристики обрабатываемого материала, на примере сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y. Проведены механические испытания биоразлагаемого магниевого сплава Mg–1Zn–2,9Y при различных температурах и скоростях деформации. Раскрыто влияние температур в диапазоне 20...400 °C на структуру и свойства сплава системы Mg–Zn–Y. Начиная с температуры 350 °C, процесс динамической рекристаллизации сопровождается не только полным восстановлением (возвратом) исходной микроструктуры, но и укрупнением размеров зерна, что может негативно сказаться на функциональных характеристиках материала. Выявлена высокая термостабильность биоразлагаемого магниевого сплава Mg–1Zn–2,9Y, что, вероятно, объясняется наличием в нем LPSO-фазы. Показано, что деформационный процесс сопровождается двойникованием. При скорости деформации  $2 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  во всем температурном диапазоне распределение зерен по размерам несколько сужается и смещается в сторону меньших диаметров. Использование полученных результатов в технологических процессах изготовления полуфабрикатов медицинского назначения поможет решить проблему нестабильности микроструктуры на стадии перехода от полуфабриката в изделие при последующих термомеханических обработках.

**Ключевые слова:** магниевые сплавы медицинского назначения; биоразлагаемые магниевые сплавы; Mg–1Zn–2,9Y; температурно-скоростная деформация; сплав медицинского назначения; магниевые сплавы; динамическая рекристаллизация; эволюция микроструктуры.

**Благодарности:** Исследование выполнено при финансовой поддержке Российского научного фонда в рамках реализации научного проекта № 20-19-00585.

Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Кудашева К.К., Линдеров М.Л., Брилевский А.И., Данюк А.В., Ясников И.С., Мерсон Д.Л. Особенности эволюции микроструктуры при температурно-скоростном деформировании магниевого сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 37–47. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-4.

## ВВЕДЕНИЕ

Биоразлагаемые магниевые сплавы в последнее время привлекли к себе внимание разработчиков материалов медицинского назначения благодаря своим привлекательным свойствам, в том числе остеоинтеграции [1; 2]. По сути, они образовали отдельный класс биоразлагаемых металлических материалов нового поколения. По сравнению с другими металлическими материалами, используемыми в качестве ортопедических имплантатов, такими как титан, титановые сплавы и нержавеющие стали, модуль упругости магниевых сплавов наиболее близок по значению к модулю упругости костной ткани человека [3]. Более того, магний и его сплавы уже используются в качестве временных имплантатов, полностью деградирующих в биологической среде (*in vivo*), замещающих новообразованной костью, что исключает необходимость повторного хирургического вмешательства для удаления имплантата. Многие исследования доказали, что магниевые сплавы являются безопасными и эффективными материалами для медицинских имплантатов [3–5]. Ионы магния, выделившиеся из сплава, показали хорошую биологическую активность [6–8]. Сплав магния, имплантированный в организм человека, постепенно разрушается (растворяется) и абсорбируется [9], а избыточные ионы магния выводятся из организма человека в результате метаболизма. Отсутствие необходимости в повторных операциях по удалению имплантатов значительно снижает заболеваемость и риск травматизма. Эта особенность делает их чрезвычайно привлекательными для рынка биоразлагаемых металлических имплантатов, предназначенных для восстановления костей, требующих временной поддержки.

Несмотря на все преимущества, магний и его сплавы характеризуются относительно низкой прочностью и коррозионной стойкостью. Было проведено множество исследований по улучшению их механических свойств и коррозионной стойкости путем легирования [10; 11]. Например, добавление редкоземельных металлов способствует динамической рекристаллизации магниевых сплавов и повышает прочность на растяжение без потери пластичности [12; 13]. Добавление иттрия (Y) может одновременно улучшить и пластичность [14], и коррозионную стойкость [15] магниевых сплавов. Кроме того, существенное улучшение свойств магниевых сплавов возможно за счет модификации поверхности [16].

В настоящее время большое внимание уделяется упрочнению магния и его сплавов методами, основанными на интенсивной пластической деформации (ИПД), в частности всесторонней изотермической ковкой [17]. Магний и его сплавы плохо деформируются, поскольку имеют гексагональную плотноупакованную решетку и всего две первичные системы скольжения:  $(0001)\langle 1120 \rangle$  и  $(1010)\langle 1120 \rangle$  [18]. Для увеличения числа возможных систем скольжения обычно требуется повышение температуры деформационной обработки, что естественным образом негативно сказывается на конечных свойствах материала [19].

Современная технология изготовления изделий макроскопических размеров из магния и его сплавов достаточно хорошо разработана, однако для большинства изделий медицинского назначения требуются полуфабрикаты малых размеров в одном или двух измерениях (фольга, тонкостенные трубки, проволока и пр.).

Изготовление подобных полуфабрикатов связано с применением технологий больших деформаций (вытяжка, прокатка, экструзия). Разработка технологии производства изделий медицинского назначения невозможна без знания температурно-скоростного поведения сплавов в процессе активной деформации. В то же время конечная цель состоит не только в разработке технологии получения тонкостенных полуфабрикатов, но и в формировании требуемых функциональных свойств, которые в значительной мере определяются характеристиками микроструктуры.

Поскольку микроструктура металлов и сплавов формируется в результате динамических перестроек дефектного ансамбля, а акустическая эмиссия (АЭ), возникающая при их деформации, является уникальным явлением, способным прецизионно отражать дефектную динамику [20], то в данной работе мы будем использовать АЭ как экспериментальный метод контроля и диагностики эволюции дефектного ансамбля *in situ*, в т. ч. для контроля возможных процессов рекристаллизации.

Цель работы – определение влияния температурно-скоростных факторов на возможные процессы рекристаллизации и параметры микроструктуры сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

### Материал и образцы

Для проведения исследований выбран низколегированный сплав номинального состава Mg–1Zn–2,9Y (ат. %), который изготавливали в ООО «СОМЗ» (г. Соликамск) на основе чушкового магния Mg95B.

Химический состав изготовленного сплава определяли с помощью высокоточного оптического эмиссионного спектрометра ARL 4460-1632. Результаты анализа химического состава приведены в таблице 1.

От полученных отливок отрезали торцевые участки, содержащие литейные дефекты, а для удаления поверхностных дефектов отливки протачивали на токарном станке. После механической обработки заготовки подвергали гомогенизационному отжигу в течение 24 ч при 430 °С.

Всестороннюю изотермическую ковку (ВИК) осуществляли на производственной базе ИПСМ РАН (г. Уфа). При выполнении каждого циклаковки суммарная степень деформации  $\epsilon$  составляла порядка 1,4. ВИК реализовали с помощью гидравлического пресса ПА2638 (630 тс), оснащенного изотермическим штамповым блоком УИШБ 510 с плоскими бойками и индукционным нагревателем. Суммарно заготовка претерпела 16 цикловковки в интервале температур 325...400 °С. На конечном этапе для получения пластин заготовка была осажена на прессе при 325 °С.

Механические свойства полученного материала оценивали с использованием цилиндрических образцов двух типов, которые были изготовлены в соответствии с чертежами (рис. 1). Для массовых испытаний образцы имели рабочую часть диаметром 5 мм и длиной 25 мм (рис. 1 а), а для испытаний с регистрацией АЭ образцы были более массивными: диаметром 8 мм, длиной 40 мм и с лыской для установки датчика АЭ (рис. 1 б). Продольная ось образцов соответствовала направлению раздачи (RD) после осадки.

Таблица 1. Химический состав сплава системы Mg–Zn–Y  
Table 1. Chemical composition of the Mg–Zn–Y system alloy

Сплав	Легирующие элементы, ат. %				
	Mg	Zn	Y	Zr*	Сумма остального
Mg–1Zn–2,9Y	Основа	0,8	2,2	0,076	0,1

Примечание. \*Цирконий добавляется в расплав для снижения содержания примесей железа и измельчения зерна.  
Note. \*Zirconium is added to a melt to reduce the content of iron impurities and grain refinement.



Рис. 1. Образцы для механических испытаний: *a* – для массовых температурно-скоростных испытаний; *b* – с лыской для испытаний с одновременной регистрацией сигнала акустической эмиссии  
Fig. 1. Specimens for mechanical tests: *a* – for mass temperature-speed tests; *b* – with a flat for tests with simultaneous recording of an acoustic emission signal

### Методика проведения эксперимента

Испытания образцов на одноосное растяжение проводили на универсальной сервогидравлической испытательной системе Instron 8802 (Англия) с номинальными скоростями деформирования:  $5 \cdot 10^{-4}$ ,  $5 \cdot 10^{-3}$ ,  $2 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ , с применением климатической камеры Instron 3119-406 при температурах: 20, 100, 150, 200, 250, 300 и 400 °С (контроль равномерности нагрева осуществляли с помощью термопар).

Были проведены дополнительные испытания:

1) сплав в исходном состоянии выдержали в печи при 400 °С (время выдержки было выбрано равным времени испытания образца со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  на 8 %);

2) сплав в исходном состоянии продеформировали на 8 % со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  при комнатной температуре, а затем выдержали в печи при 400 °С (время выдержки было выбрано равным времени испытания образца со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$  на 8 %).

Деформацию измеряли с помощью экстензометра марки Epsilon 3448 (поз. 3 на рис. 2).

Для регистрации сигнала АЭ использовали аппаратуру, которая состоит из широкополосного пьезоэлектрического преобразователя MSAE-1300WB («Микросенсорс»,

г. Саров) с рабочим диапазоном частот 50...1300 кГц; малошумящего предварительного усилителя РАС 2/4/6 (США) с полосой пропускания 10...1200 кГц и усилением +60 дБ; малошумящей системы регистрации РАС РС1-2, позволяющей записать сигнал в память компьютера в потоковом режиме (стрим) с разрешением 16 бит и частотой дискретизации сигнала 2 МГц, диапазон пропускания входного фильтра 100...1000 кГц, дополнительное усиление +6 дБ. После испытаний записанный стрим последовательно делили на фреймы длительностью 4096 отсчетов, для каждого из которых вычисляли энергию ( $E$ ) и медианную частоту ( $f_m$ ) (частота, разделяющая площадь под кривой мощности спектральной плотности на две равные части) и синхронизировали ее с кривой деформации. Более подробно методика АЭ отражена в нашей ранней работе [20].

Исследование микроструктуры было проведено на образцах на растяжение в поперечном сечении (ТД) в середине рабочей базы. Анализ микроструктур был выполнен методом EBSD. Подготовка металлографических шлифов осуществлялась путем шлифования на наждачной бумаге разной зернистости, полирования с использованием алмазной суспензии (с размером частиц начиная от 9 мкм и заканчивая 0,25 мкм)

и финишной ионной полировкой Hitachi IM4000 Plus (Япония) (наклон  $3^\circ$  к поверхности, ускорение 6 кВ и разряд 1,5 кВ, газ аргон 0,1 см<sup>3</sup>/мин и 25 об/мин 1–2 ч).

Для оценки параметров микроструктуры применяли растровый электронный микроскоп Zeiss Sigma (Carl Zeiss, Германия), оснащенный катодом TFE и детектором дифракции обратно рассеянных электронов EDAX/TSL (EDAX, Махва, Нью-Джерси, США). Сканирование микроструктуры реализовывалось с шагом 250...350 нм, критерий достоверности структурного элемента – 6–8 точек с сопоставленной ориентировкой в пределах  $5^\circ$ . По полученным картам структуры были построены гистограммы углов разориентировки границ зерен и размеров зерна. В качестве оценки размера зерна выбран диаметр окружности с эквивалентной площадью.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исходная микроструктура сплава Mg–1Zn–2,9Y (рис. 3 а) состоит из мелких зерен (средний диаметр  $(1,5 \pm 0,7)$  мкм), слегка вытянутых в результате осадки сплава после проведения ВИК. Распределение зерен по размерам является логнормальным (рис. 3 б), а на гистограмме по углам разориентировки (рис. 3 с) выявляется максимум в районе угла в  $30^\circ$ .

В качестве примера на рис. 4 приведены механические диаграммы испытания образцов на одноосное растяжение при температурах 20 (рис. 4 а) и 200 °С (рис. 4 б) с тремя скоростями деформирования.

Из-за того, что уровень сигналов АЭ даже при комнатной температуре испытаний оказался очень низким, удалось провести корректные испытания только для самой высокой скорости деформирования ( $2 \cdot 10^{-2}$  с<sup>-1</sup>). В качестве примера на рис. 5 приведены диаграммы параметров АЭ, совмещенные с кривой одноосного растяжения, в диапазоне температур испытаний 20–250 °С и со скоростью деформирования  $2 \cdot 10^{-2}$  с<sup>-1</sup>.

При повышенных температурах механических испытаний на представленных диаграммах (рис. 5 б–д) отмечается резкий переход к пластическим деформациям, напоминающий зуб текучести, чего не наблюдается в испытаниях при комнатной температуре. Отмечено также присутствие на диаграмме двух изломов. В этом промежутке (от зуба текучести до последнего излома) деформация сопровождается достаточно мощной АЭ.

Исследование микроструктуры в образцах, испытанных при максимальной скорости деформации  $2 \cdot 10^{-2}$  с<sup>-1</sup> при температурах 150, 200, 250 и 300 °С, проводили после остановки нагружения при общей деформации 4, 8 и 16 %. В качестве примера представлен вид микроструктуры (рис. 6 а), а также гистограммы распределений по размерам зерна (рис. 6 б) и углам разориентировки (рис. 6 с) после испытаний при температуре 250 °С и со степенью деформации 16 %.

По результатам проведенных исследований существенных изменений в структуре по сравнению с исходным состоянием (рис. 3) при всех температурах и степенях деформации не было выявлено. Исследованный сплав обладает высокой термостабильностью, что, вероятно, связано с наличием в нем LPSO-фазы.

Так как в диапазоне температур 20...300 °С существенных изменений в структуре не происходило, с целью нахождения границы такой «нечувствительности» было принято решение дополнительно испытать

образцы со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> до деформации 8 % при 350 и 400 °С. Как видно, в этих случаях микроструктура (рис. 7, 8) состоит уже из более крупных зерен, а пик на гистограмме распределения границ зерен по углам разориентировки сместился ближе к  $\sim 90^\circ$ .

Для того чтобы выяснить причины роста среднего размера зерна, которые могут быть связаны с динамической или статической рекристаллизацией, были проведены дополнительные исследования. На рис. 9 и 10 показаны микроструктуры образцов, а также распределения зерен по размерам и границ по углам разориентировки после выдержки при 400 °С (рис. 9) и после выдержки при 400 °С сплава Mg–1Zn–2,9Y, предварительно деформированного на 8 % при комнатной температуре со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> (рис. 10).

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

При самой высокой температуре испытаний с регистрацией АЭ (250 °С) зависимость медианной частоты от времени (деформации) носит осциллирующий характер (рис. 5 д). По нашей гипотезе это может быть связано с характером рекристаллизации, в частности с тем, что в сплаве Mg–1Zn–2,9Y процесс динамической рекристаллизации идет непрерывно (не совпадает по времени в пространственно разделенных областях металла) из-за наличия в нем LPSO-фазы.

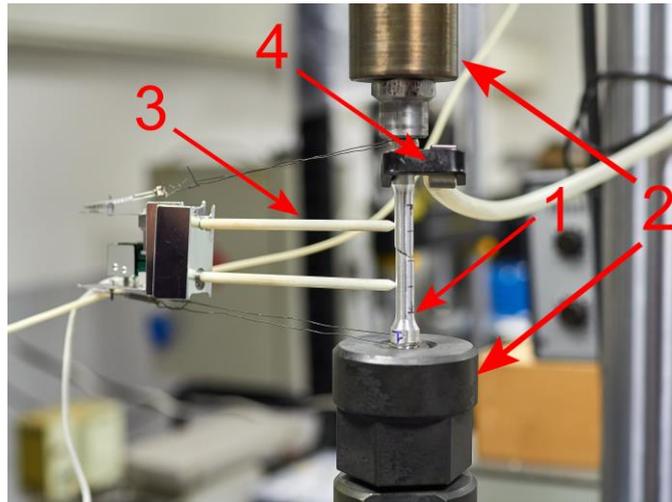
Исследование микроструктуры в образцах, испытанных при максимальной скорости деформации  $2 \cdot 10^{-2}$  с<sup>-1</sup> при температурах испытаний 150, 200, 250 и 300 °С, проведенных после остановки нагружения при общей деформации 4, 8 и 16 % (рис. 6), не показало существенных изменений по сравнению с исходным состоянием (рис. 3). Исследованный сплав обладает высокой термостабильностью, что, вероятно, связано с наличием в нем LPSO-фазы. Однако выявлены следующие особенности:

1) во всех случаях, кроме исходного состояния, на гистограммах углов разориентировки появляется высокоугловая составляющая (пик вблизи  $90^\circ$ ), связанная с двойниковыми границами (рис. 6 с), т. е. во всех исследованных случаях присутствовало механическое двойникование;

2) при самой большой скорости деформации при всех температурах распределение зерен по размерам сужается и смещается в сторону меньших диаметров по отношению к исходному состоянию, что положительно влияет на функциональные характеристики материала.

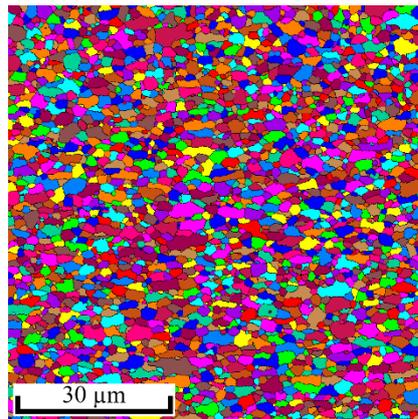
Сравнение результатов воздействия температуры 400 °С на материал, находящийся в статическом состоянии (в исходном (рис. 9) и деформированном на 8 % (рис. 10)), с результатом воздействия той же температуры, но в динамическом режиме (при активной деформации (рис. 8)), демонстрирует коренные изменения. Если в динамическом режиме при температуре 400 °С по сравнению с меньшими температурами происходит рост среднего размера зерна, но при низкой разноразмерности (рис. 8 а, 8 б), то в статическом режиме при температуре 400 °С идет процесс неоднородной рекристаллизации с образованием прослоек крупных зерен (рис. 9 а, 9 б), который еще более явно проявляется после предварительной деформации на 8 % (рис. 10 а, 10 б).

Таким образом, начиная с температуры 350 °С, в исследуемом сплаве процесс динамической рекристаллизации

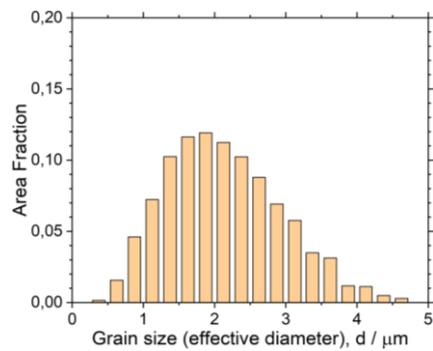


**Рис. 2.** Установка для испытаний на одноосное растяжение образцов:  
1 – образец; 2 – захваты; 3 – экстензометр; 4 – датчик акустической эмиссии

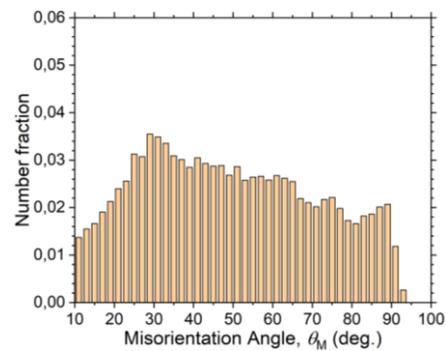
**Fig. 2.** A unit for uniaxial tensile tests of specimens:  
1 – specimen; 2 – jaws; 3 – extensometer; 4 – acoustic emission sensor



**a**



**b**



**c**

**Рис. 3.** Микроструктура (a), распределение зерен по размерам (b) и распределение по углам разориентировки (c) сплава Mg–1Zn–2,9Y в исходном состоянии

**Fig. 3.** Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy in the initial state

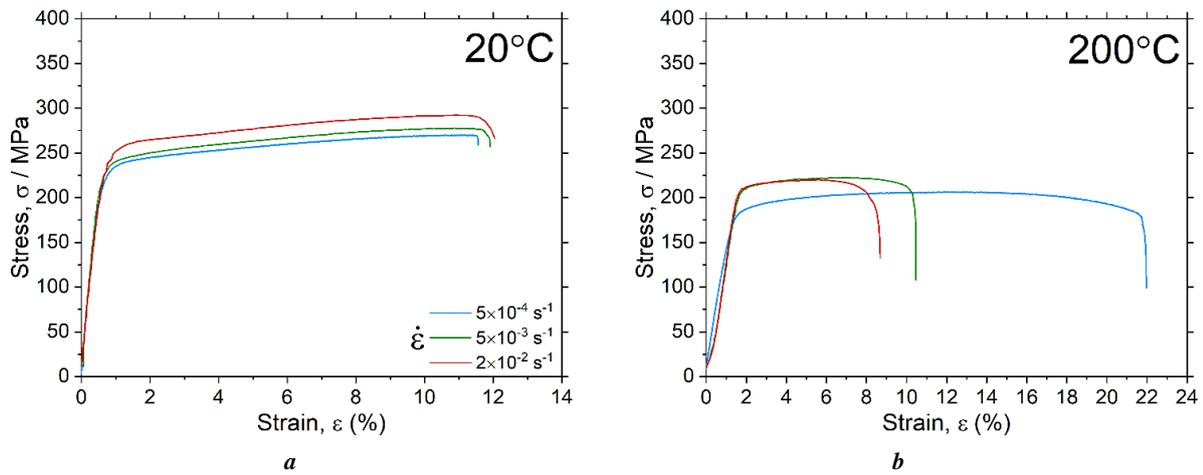


Рис. 4. Диаграммы механических испытаний в координатах «напряжение – деформация» для трех скоростей деформации при температурах 20 °С (а) и 200 °С (б)

Fig. 4. Diagrams of mechanical tests in the “stress – strain coordinates” for three rates of deformation at temperatures of 20 °C (a) and 200 °C (b)

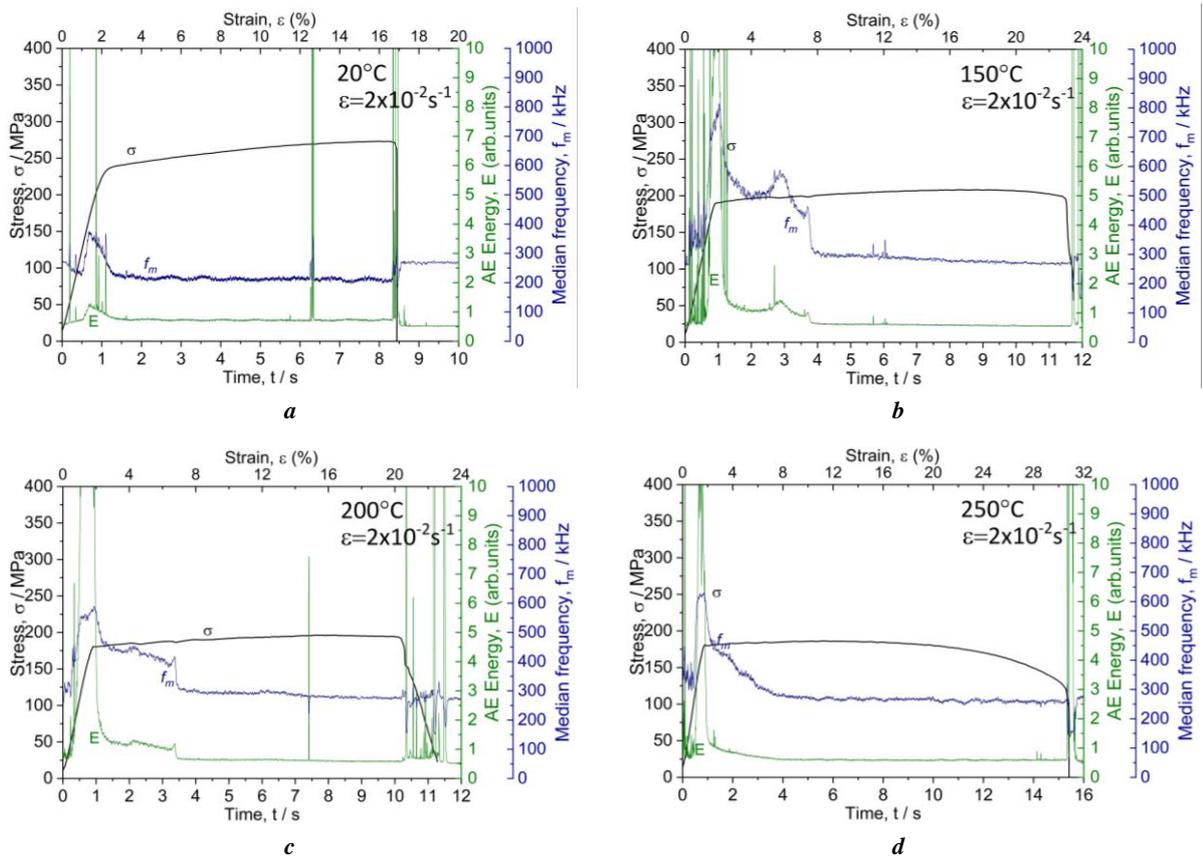
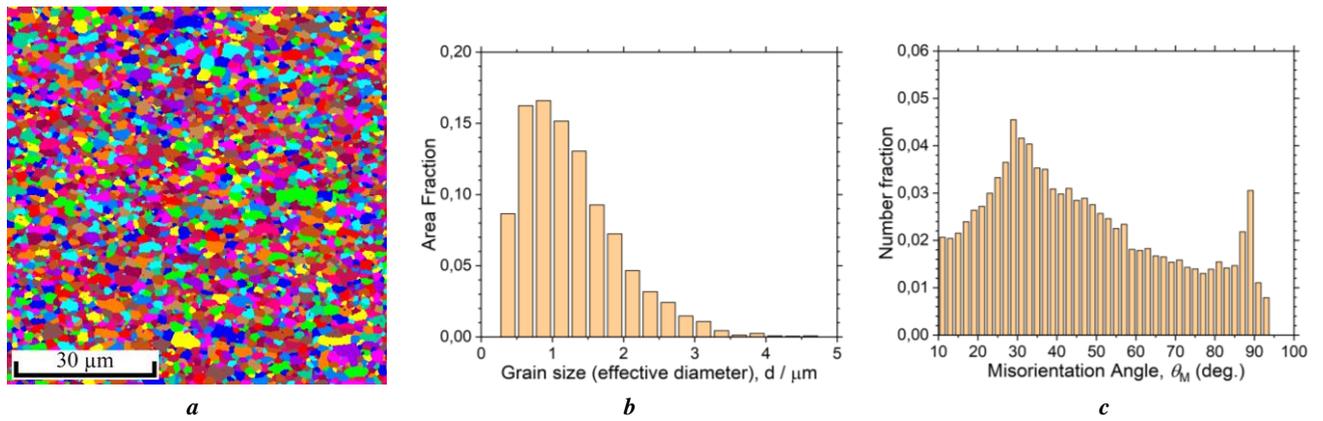


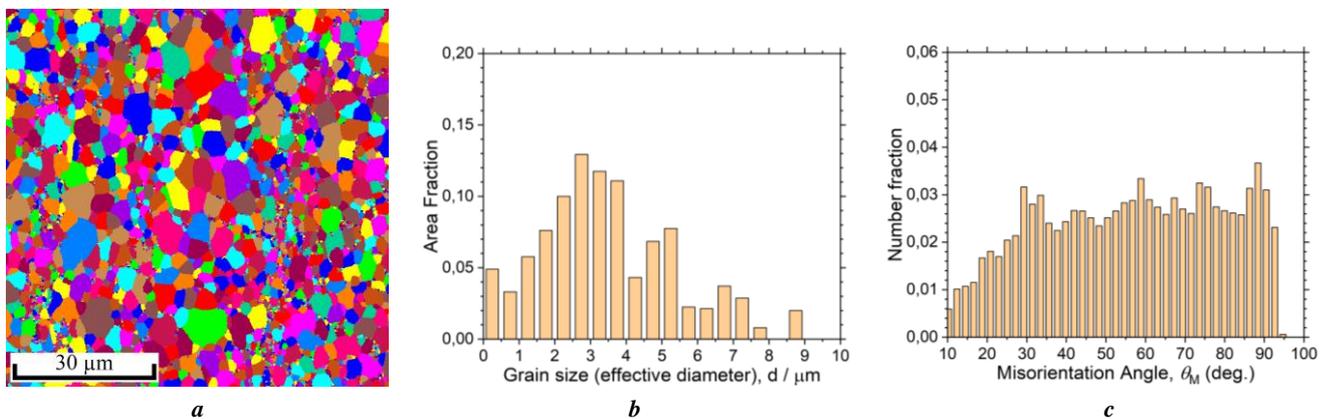
Рис. 5. Диаграммы параметров сигнала акустической эмиссии, совмещенные с кривой одноосного растяжения при температурах испытаний 20 °С (а), 150 °С (б), 200 °С (с) и 250 °С (д) и скоростью деформирования  $2 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$

Fig. 5. Diagrams of acoustic emission signal parameters brought in coincidence with the curve of uniaxial tension at test temperatures of 20 °C (a), 150 °C (b), 200 °C (c), and 250 °C (d) and deformation rate of  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$



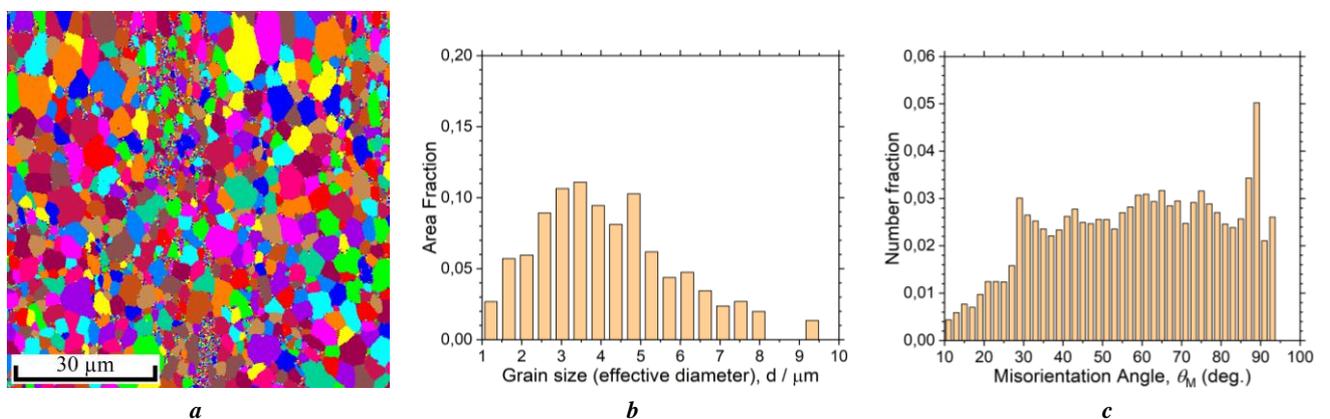
**Рис. 6.** Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после температурных испытаний при 250 °C со скоростью деформации  $2 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$  и степенью деформации 16 %

**Fig. 6.** Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after temperature tests at 250 °C with a deformation rate of  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  and deformation degree of 16 %



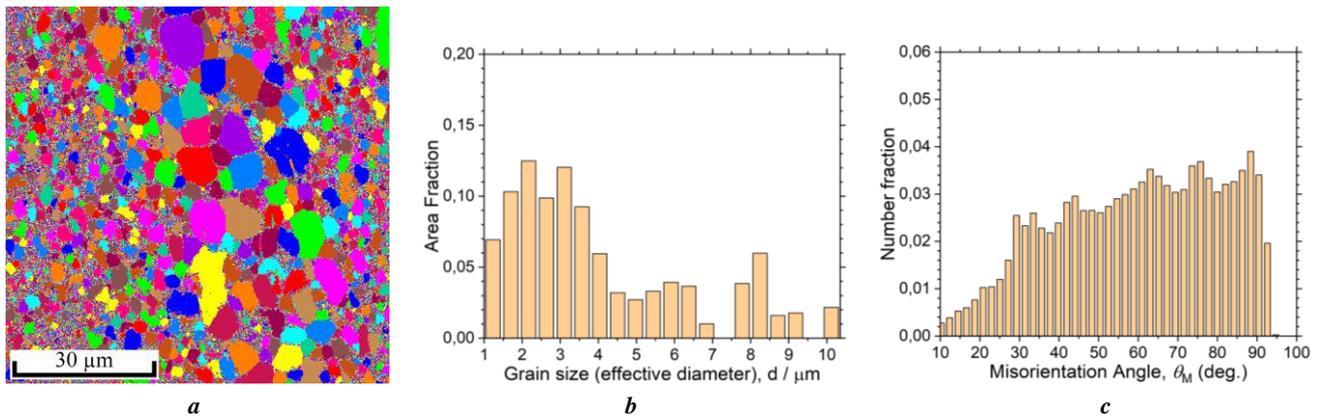
**Рис. 7.** Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после температурных испытаний при 350 °C со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и степенью деформации 8 %

**Fig. 7.** Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after temperature tests at 350 °C with a deformation rate of  $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  and deformation degree of 8 %

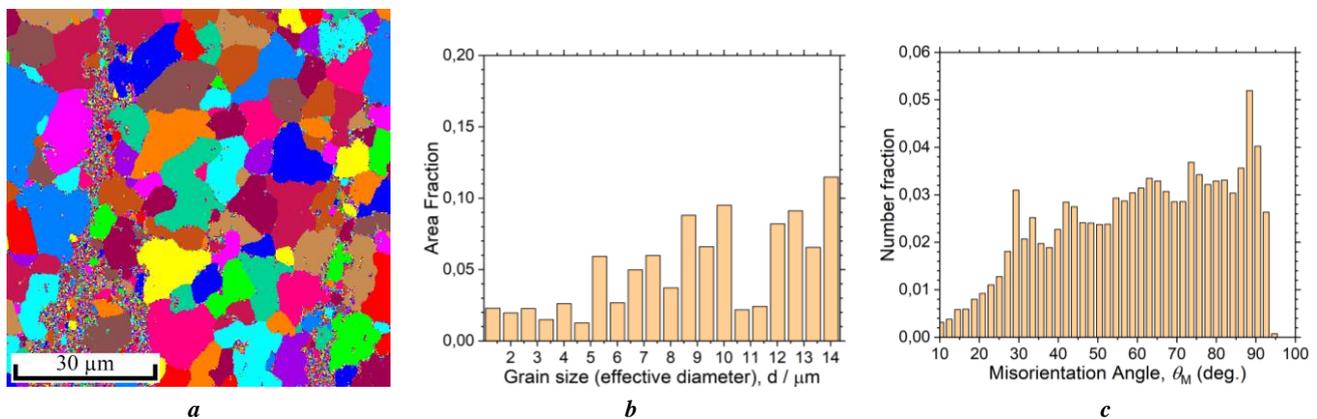


**Рис. 8.** Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после температурных испытаний при 400 °C со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и степенью деформации 8 %

**Fig. 8.** Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after temperature tests at 400 °C with a deformation rate of  $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  and deformation degree of 8 %



**Рис. 9.** Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после выдержки при температуре 400 °С  
**Fig. 9.** Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after soaking at a temperature of 400 °C



**Рис. 10.** Микроструктура (а), распределение зерен по размерам (б) и распределение по углам разориентировки (с) сплава Mg–1Zn–2,9Y после деформации 8 % при комнатной температуре со скоростью деформации  $5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$  и дальнейшей выдержке при 400 °С  
**Fig. 10.** Microstructure (a), grain size distribution (b), and grain-boundary angle distribution (c) of the Mg–1Zn–2.9Y alloy after 8 % deformation at room temperature with a deformation rate of  $5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  and further soaking at 400 °C

сопровождается не только полным восстановлением (возвратом) исходной микроструктуры, но и укрупнением размеров зерна, что может негативно сказаться на функциональных параметрах сплава Mg–1Zn–2,9Y.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

По результатам механических испытаний магниевого сплава медицинского назначения системы легирования Mg–Zn–Y было установлено, что в диапазоне температур (150–300) °С и скоростей ( $5 \cdot 10^{-4}$ – $2 \cdot 10^{-2}$ )  $\text{c}^{-1}$  испытаний существенных изменений в структуре по сравнению с исходным состоянием (после всесторонней изотермической ковки) не происходит. Исследованный сплав обладает высокой термостабильностью, что, очевидно, объясняется наличием в нем LPSO-фазы. Формирование на гистограммах распределения границ по углам разориентировки пика вблизи 90° свидетель-

ствует о значительной роли процесса двойникования в общем деформационном процессе. Кроме того, при самой высокой скорости деформации во всем температурном диапазоне распределение зерен по размерам несколько сужается и смещается в сторону меньших диаметров, что положительно влияет на микроструктуру сплава Mg–1Zn–2,9Y и функциональные характеристики материала.

Начиная с температуры 350 °С, процесс динамической рекристаллизации сопровождается не только полным восстановлением (возвратом) исходной микроструктуры, но и укрупнением размеров зерна, что может негативно сказаться на функциональных характеристиках материала и является недопустимым с точки зрения варьированности технологических параметров.

Таким образом, сплав Mg–1Zn–2,9Y в состоянии после всесторонней изотермической ковки обладает тер-

моустойчивой мелкозернистой структурой, что позволяет нивелировать негативное влияние возможных колебаний технологических параметров формообразования в диапазоне температур ( $150\pm 300$ ) °C и скоростей ( $5\cdot 10^{-4}\div 2\cdot 10^{-2}$ ) с<sup>-1</sup> деформации.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Prakasam M., Locs J., Salma-Ancane K., Loca D., Largeteau A., Berzina-Cimdina L. Biodegradable materials and metallic implants-A review // *Journal of Functional Biomaterials*. 2017. Vol. 8. № 4. Article number 44. DOI: [10.3390/jfb8040044](https://doi.org/10.3390/jfb8040044).
- Li Nan, Zheng Yufeng. Novel Magnesium Alloys Developed for Biomedical Application: A Review // *Journal of Materials Science & Technology*. 2013. Vol. 29. № 6. P. 489–502. DOI: [10.1016/j.jmst.2013.02.005](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.02.005).
- Kumar K., Gill R.S., Batra U. Challenges and opportunities for biodegradable magnesium alloy implants // *Materials Technology*. 2018. Vol. 33. № 2. P. 153–172. DOI: [10.1080/10667857.2017.1377973](https://doi.org/10.1080/10667857.2017.1377973).
- Hort N., Huang Y., Fechner D. et al. Magnesium alloys as implant materials – Principles of property design for Mg–RE alloys // *Acta Biomaterialia*. 2010. Vol. 6. № 5. P. 1714–1725. DOI: [10.1016/j.actbio.2009.09.010](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2009.09.010).
- Song Guang-Ling, Song Shizhe. A Possible Biodegradable Magnesium Implant Material // *Advanced Engineering Materials*. 2007. Vol. 9. № 4. P. 298–302. DOI: [10.1002/adem.200600252](https://doi.org/10.1002/adem.200600252).
- Ali W., Mehboob A., Han Min-Gu, Chang Seung-Hwan. Experimental study on degradation of mechanical properties of biodegradable magnesium alloy (AZ31) wires/poly(lactic acid) composite for bone fracture healing applications // *Composite Structures*. 2019. Vol. 210. P. 914–921. DOI: [10.1016/j.compstruct.2018.12.011](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.12.011).
- Bommala V.K., Krishna M.G., Rao C.T. Magnesium matrix composites for biomedical applications: A review // *Journal of Magnesium and Alloys*. 2019. Vol. 7. № 1. P. 72–79. DOI: [10.1016/j.jma.2018.11.001](https://doi.org/10.1016/j.jma.2018.11.001).
- Suljevic O., Fischerauer S.F., Weinberg A.M., Sommer N.G. Immunological reaction to magnesium-based implants for orthopedic applications. What do we know so far? A systematic review on in vivo studies // *Materials Today Bio*. 2022. Vol. 15. Article number 100315. DOI: [10.1016/j.mtbio.2022.100315](https://doi.org/10.1016/j.mtbio.2022.100315).
- Liu Wenwen, Guo Shuo, Tang Zhen, Wei Xinghui, Gao Peng, Wang Ning, Li Xiaokang, Guo Zheng. Magnesium promotes bone formation and angiogenesis by enhancing MC3T3-E1 secretion of PDGF-BB // *Biochemical and Biophysical Research Communications*. 2020. Vol. 528. № 4. P. 664–670. DOI: [10.1016/j.bbrc.2020.05.113](https://doi.org/10.1016/j.bbrc.2020.05.113).
- Xia Yu, Wu Liang, Yao Wen-hui et al. In-situ layered double hydroxides on Mg–Ca alloy: Role of calcium in magnesium alloy // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2021. Vol. 31. № 6. P. 1612–1627. DOI: [10.1016/S1003-6326\(21\)65602-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65602-9).
- Dong Jianhui, Lin Tao, Shao Huiping, Wang Hao, Wang Xueting, Song Ke, Li Qianghua. Advances in degradation behavior of biomedical magnesium alloys: A review // *Journal of Alloys and Compounds*. 2022. Vol. 908. Article number 164600. DOI: [10.1016/j.jallcom.2022.164600](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164600).
- Chen Junxiu, Kolawole S.K., Wang Jianhua, Su Xuping, Tan Lili, Yang Ke. Systems, Properties, Surface Modification and Applications of Biodegradable Magnesium-Based Alloys: A Review // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 14. P. 5031. DOI: [10.3390/ma15145031](https://doi.org/10.3390/ma15145031).
- Tekumalla S., Seetharaman S., Almajid A., Gupta M. Mechanical Properties of Magnesium-Rare Earth Alloy Systems: A Review // *Metals*. 2015. Vol. 5. № 1. P. 1–39. DOI: [10.3390/met5010001](https://doi.org/10.3390/met5010001).
- Das A.K. Recent trends in laser cladding and alloying on magnesium alloys: A review // *Materials Today: Proceedings*. 2022. Vol. 51. Part 1. P. 723–727. DOI: [10.1016/j.matpr.2021.06.217](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.217).
- Gao Jia-cheng, Wu Sha, Qiao Li-ying, Wang Yong. Corrosion behavior of Mg and Mg-Zn alloys in simulated body fluid // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2008. Vol. 18. № 3. P. 588–592. DOI: [10.1016/S1003-6326\(08\)60102-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60102-8).
- Jagadeesh G.V., Setti S.G. Surface Modification of Biodegradable Magnesium Alloy by Ball Burnishing Process // *Recent Advances in Materials Technologies: Select Proceedings of ICMT 2021*. Singapore: Springer Nature Singapore, 2023. P. 327–334. DOI: [10.1007/978-981-19-3895-5\\_26](https://doi.org/10.1007/978-981-19-3895-5_26).
- Figueiredo R.B., Langdon T.G. Achieving Microstructural Refinement in Magnesium Alloys through Severe Plastic Deformation // *Materials Transactions*. 2009. Vol. 50. № 1. P. 111–116. DOI: [10.2320/matertrans.MD200818](https://doi.org/10.2320/matertrans.MD200818).
- Bryła K., Dutkiewicz J., Lityńska-Dobrzyńska L., Rokhlin L.L., Kurtyka P. Influence of number of ECAP passes on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy // *Archives of Metallurgy and Materials*. 2012. Vol. 57. № 3. P. 711–717. DOI: [10.2478/v10172-012-0077-5](https://doi.org/10.2478/v10172-012-0077-5).
- Aksenov D.A., Nazarov A.A., Raab G.I., Raab A.G., Fakhretdinova E.I., Asfandiyarov R.N., Shishkunova M.A., Sementeeva Yu.R. Effects of Severe Plastic Deformation and Ultrasonic Treatment on the Structure, Strength, and Corrosion Resistance of Mg–Al–Zn Alloy // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 20. P. 7200. DOI: [10.3390/ma15207200](https://doi.org/10.3390/ma15207200).
- Merson D., Linderov M., Brilevsky A., Danyuk A., Vinogradov A. Monitoring Dynamic Recrystallisation in Bioresorbable Alloy Mg–1Zn–0.2Ca by Means of an In Situ Acoustic Emission Technique // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 1. P. 328. DOI: [10.3390/ma15010328](https://doi.org/10.3390/ma15010328).

### REFERENCES

- Prakasam M., Locs J., Salma-Ancane K., Loca D., Largeteau A., Berzina-Cimdina L. Biodegradable materials and metallic implants-A review. *Journal of Functional Biomaterials*, 2017, vol. 8, no. 4, article number 44. DOI: [10.3390/jfb8040044](https://doi.org/10.3390/jfb8040044).
- Li Nan, Zheng Yufeng. Novel Magnesium Alloys Developed for Biomedical Application: A Review. *Journal of Materials Science & Technology*, 2013, vol. 29, no. 6, pp. 489–502. DOI: [10.1016/j.jmst.2013.02.005](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2013.02.005).
- Kumar K., Gill R.S., Batra U. Challenges and opportunities for biodegradable magnesium alloy implants. *Materials*

- rials Technology*, 2018, vol. 33, no. 2, pp. 153–172. DOI: [10.1080/10667857.2017.1377973](https://doi.org/10.1080/10667857.2017.1377973).
4. Hort N., Huang Y., Fechner D. et al. Magnesium alloys as implant materials – Principles of property design for Mg–RE alloys. *Acta Biomaterialia*, 2010, vol. 6, no. 5, pp. 1714–1725. DOI: [10.1016/j.actbio.2009.09.010](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2009.09.010).
  5. Song Guang-Ling, Song Shizhe. A Possible Biodegradable Magnesium Implant Material. *Advanced Engineering Materials*, 2007, vol. 9, no. 4, pp. 298–302. DOI: [10.1002/adem.200600252](https://doi.org/10.1002/adem.200600252).
  6. Ali W., Mehboob A., Han Min-Gu, Chang Seung-Hwan. Experimental study on degradation of mechanical properties of biodegradable magnesium alloy (AZ31) wires/poly(lactic acid) composite for bone fracture healing applications. *Composite Structures*, 2019, vol. 210, pp. 914–921. DOI: [10.1016/j.compstruct.2018.12.011](https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.12.011).
  7. Bommala V.K., Krishna M.G., Rao C.T. Magnesium matrix composites for biomedical applications: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2019, vol. 7, no. 1, pp. 72–79. DOI: [10.1016/j.jma.2018.11.001](https://doi.org/10.1016/j.jma.2018.11.001).
  8. Suljevic O., Fischerauer S.F., Weinberg A.M., Sommer N.G. Immunological reaction to magnesium-based implants for orthopedic applications. What do we know so far? A systematic review on in vivo studies. *Materials Today Bio*, 2022, vol. 15, article number 100315. DOI: [10.1016/j.mtbio.2022.100315](https://doi.org/10.1016/j.mtbio.2022.100315).
  9. Liu Wenwen, Guo Shuo, Tang Zhen, Wei Xinghui, Gao Peng, Wang Ning, Li Xiaokang, Guo Zheng. Magnesium promotes bone formation and angiogenesis by enhancing MC3T3-E1 secretion of PDGF-BB. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, 2020, vol. 528, no. 4, pp. 664–670. DOI: [10.1016/j.bbrc.2020.05.113](https://doi.org/10.1016/j.bbrc.2020.05.113).
  10. Xia Yu, Wu Liang, Yao Wen-hui et al. In-situ layered double hydroxides on Mg–Ca alloy: Role of calcium in magnesium alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2021, vol. 31, no. 6, pp. 1612–1627. DOI: [10.1016/S1003-6326\(21\)65602-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65602-9).
  11. Dong Jianhui, Lin Tao, Shao Huiping, Wang Hao, Wang Xueting, Song Ke, Li Qianghua. Advances in degradation behaviour of biomedical magnesium alloys: A review. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, vol. 908, article number 164600. DOI: [10.1016/j.jallcom.2022.164600](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164600).
  12. Chen Junxiu, Kolawole S.K., Wang Jianhua, Su Xuping, Tan Lili, Yang Ke. Systems, Properties, Surface Modification and Applications of Biodegradable Magnesium-Based Alloys: A Review. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 14, p. 5031. DOI: [10.3390/ma15145031](https://doi.org/10.3390/ma15145031).
  13. Tekumalla S., Seetharaman S., Almajid A., Gupta M. Mechanical Properties of Magnesium-Rare Earth Alloy Systems: A Review. *Metals*, 2015, vol. 5, no. 1, pp. 1–39. DOI: [10.3390/met5010001](https://doi.org/10.3390/met5010001).
  14. Das A.K. Recent trends in laser cladding and alloying on magnesium alloys: A review. *Materials Today: Proceedings*, 2022, vol. 51, part 1, pp. 723–727. DOI: [10.1016/j.matpr.2021.06.217](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.217).
  15. Gao Jia-cheng, Wu Sha, Qiao Li-ying, Wang Yong. Corrosion behavior of Mg and Mg-Zn alloys in simulated body fluid. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2008, vol. 18, no. 3, pp. 588–592. DOI: [10.1016/S1003-6326\(08\)60102-8](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60102-8).
  16. Jagadeesh G.V., Setti S.G. Surface Modification of Biodegradable Magnesium Alloy by Ball Burnishing Process. *Recent Advances in Materials Technologies: Select Proceedings of ICEMT 2021*. Springer Nature Singapore, 2023, pp. 327–334. DOI: [10.1007/978-981-19-3895-5\\_26](https://doi.org/10.1007/978-981-19-3895-5_26).
  17. Figueiredo R.B., Langdon T.G. Achieving Microstructural Refinement in Magnesium Alloys through Severe Plastic Deformation. *Materials Transactions*, 2009, vol. 50, no. 1, pp. 111–116. DOI: [10.2320/matertrans.MD200818](https://doi.org/10.2320/matertrans.MD200818).
  18. Bryła K., Dutkiewicz J., Lityńska-Dobrzyńska L., Rokhlin L.L., Kurtyka P. Influence of number of ECAP passes on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy. *Archives of Metallurgy and Materials*, 2012, vol. 57, no. 3, pp. 711–717. DOI: [10.2478/v10172-012-0077-5](https://doi.org/10.2478/v10172-012-0077-5).
  19. Aksenov D.A., Nazarov A.A., Raab G.I., Raab A.G., Fakhretdinova E.I., Asfandiyarov R.N., Shishkunova M.A., Sementeeva Yu.R. Effects of Severe Plastic Deformation and Ultrasonic Treatment on the Structure, Strength, and Corrosion Resistance of Mg–Al–Zn Alloy. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 20, p. 7200. DOI: [10.3390/ma15207200](https://doi.org/10.3390/ma15207200).
  20. Merson D., Linderov M., Brilevsky A., Danyuk A., Vinogradov A. Monitoring Dynamic Recrystallisation in Bioresorbable Alloy Mg–1Zn–0.2Ca by Means of an In Situ Acoustic Emission Technique. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 1, p. 328. DOI: [10.3390/ma15010328](https://doi.org/10.3390/ma15010328).

## Special aspects of the microstructure evolution at the temperature-speed deformation of a medical purpose magnesium alloy of the Mg–Zn–Y alloying system

© 2024

**Kristina K. Kudasheva**<sup>\*</sup>, engineer of the Research Institute of Advanced Technologies  
**Mikhail L. Linderov**<sup>1</sup>, PhD (Physics and Mathematics),  
 senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies  
**Aleksandr I. Brilevskiy**<sup>2</sup>, junior researcher  
 of the Research Institute of Advanced Technologies  
**Aleksey V. Danyuk**<sup>3</sup>, PhD (Physics and Mathematics),  
 senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies  
**Igor S. Yasnikov**<sup>4</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor,  
 professor of Chair “General and Theoretical Physics”,  
 leading researcher of the Research Institute of Advanced Technologies  
**Dmitry L. Merson**<sup>5</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,  
 Director of the Research Institute of Advanced Technologies

*Togliatti State University, Togliatti (Russia)*

\*E-mail: a.abdugaffarova@gmail.com

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8655-4191>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5780-6094>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7352-9947>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6120-7836>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5006-4115>

Received 15.06.2023

Accepted 26.07.2023

**Abstract:** Biocompatibility makes magnesium alloys attractive functional materials in terms of their use as biodegradable implants. However, the technologies for manufacturing semi-finished products carry a possible diversity of the local strain rate and temperature within a rather wide range, which affects the processed material structure and properties. The purpose of this study is to determine the range of temperatures and resistance to deformation, at which there is no negative effect on the main structural characteristics of the processed material, using the example of a medical purposes alloy of the Mg–Zn–Y alloying system. The authors carried out mechanical tests of a biodegradable Mg–1Zn–2.9Y magnesium alloy at various temperatures and strain rates. The influence of temperatures in the range of 20...400 °C on the structure and properties of the Mg–Zn–Y system alloy is disclosed. Starting from a temperature of 350 °C, the process of dynamic recrystallisation is accompanied both by the complete restoration (return) of the original microstructure and by coarsening of the grain size, which can adversely affect the material functional characteristics. The high thermal stability of the biodegradable Mg–1Zn–2.9Y magnesium alloy is revealed, which probably results from the presence of the LPSO phase in it. The study shows that the deformation process is accompanied by twinning. At a strain rate of  $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  over the entire temperature range, the grain size distribution slightly narrows and shifts towards smaller diameters. The application of the obtained results in technological processes for manufacturing medical semi-finished products will help to solve the issue of microstructure instability at the stage of transition from a semi-finished product to a finished product during subsequent thermomechanical treatments.

**Keywords:** medical purpose magnesium alloys; biodegradable magnesium alloys; Mg–1Zn–2.9Y; temperature-speed deformation; medical purpose alloy; magnesium alloys; dynamic recrystallisation; microstructure evolution.

**Acknowledgements:** The research is financially supported by the Russian Science Foundation within the scientific project No. 20-19-00585.

The paper was written using the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Kudasheva K.K., Linderov M.L., Brilevskiy A.I., Danyuk A.V., Yasnikov I.S., Merson D.L. Special aspects of the microstructure evolution at the temperature-speed deformation of a medical purpose magnesium alloy of the Mg–Zn–Y alloying system. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 37–47. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-4.

В 2003 году по инициативе Д. Л. Мерсона и А. А. Викарчука и рекомендации Межгосударственного координационного совета по физике прочности и пластичности с целью решения проблем подготовки и омоложения кадров было принято решение начиная с 2004 года на базе Тольяттинского государственного университета (ТГУ) раз в два года проводить Международную школу «Физическое материаловедение» (далее – ШФМ).

Необходимость проведения ШФМ обосновывалась тем, что «в настоящее время не существует научного мероприятия, где молодые ученые, сотрудники заводских лабораторий, аспиранты, преподаватели вузов и другие работники соответствующего профиля могли бы прослушать курс лекций обучающего плана по наиболее актуальным вопросам физического материаловедения и получить квалифицированную консультацию ведущих ученых-металлофизиков».

За прошедшие два десятилетия состоялось одиннадцать ШФМ. За это время в качестве приглашенных лекторов в работе Школы приняли участие десятки выдающихся ученых из России (Э. Козлов, Ю. Головин, А. Глезер, В. Бетехтин, Р. Андриевский), Украины (Ю. Мильман, В. Гаврилюк, Д. Орлов), а также В. Рубаник (Беларусь), А. Виноградов (Япония), Ю. Эстрин (Австралия), А. Вайднер (Германия) и многие другие. Слушателями были несколько тысяч специалистов, среди которых не менее половины – это молодые исследователи.

Отличительной особенностью ШФМ является то, что по итогам каждой из них по материалам прочитанных лекций издается очередной том учебного пособия «Перспективные материалы». Соответственно, к началу 11-й ШФМ в сентябре 2023 года под общей редакцией Д. Мерсона был издан 10-й том, авторами глав которого стали А. Романов, А. Казаков, А. Макаров, М. Выборщик, А. Кудря и другие известные ученые.

Еще одной изюминкой ШФМ является конкурс работ молодых ученых, победители которого (порядка 40 человек) освобождаются не только от организационного взноса, но и от платы за проживание. Кроме того, каждый раз сотрудники Научно-исследовательского института прогрессивных технологий ТГУ организуют для участников ШФМ мастер-классы с демонстрацией возможностей уникального использования исследовательского оборудования для решения материаловедческих задач

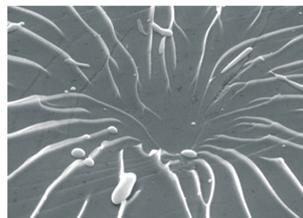
ШФМ знаменита еще и замечательными капустниками, которые организуются силами самих ее участников – людей, талантливых во всех отношениях.

Очередная, 11-я ШФМ, которая, как и всегда, прошла на самом высоком уровне, надолго запомнится ее участникам.

Министерство образования Российской Федерации  
Научный Совет РАН по физике конденсированных сред  
Межгосударственный координационный совет  
по физике прочности и пластичности материалов  
Тольяттинский государственный университет

### I Международная школа

#### «Физическое материаловедение»



22–26 ноября 2004 года  
Тольятти, Россия

*Первое  
информационное сообщение*

## Электроискровое модифицирование поверхности аддитивного сплава ВТ6 высокоэнтропийным и аморфным электродами

© 2024

*Муканов Самат Куандыкович*<sup>\*1</sup>, кандидат технических наук, младший научный сотрудник научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза

*Логинов Павел Александрович*<sup>2</sup>, кандидат технических наук, старший научный сотрудник научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза

*Петржик Михаил Иванович*<sup>3</sup>, доктор технических наук, профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий, ведущий научный сотрудник научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза

*Левашов Евгений Александрович*<sup>4</sup>, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, директор научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза  
*Университет науки и технологий МИСИС, Москва (Россия)*

\*E-mail: smukanov@misis.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6719-6237>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2505-2918>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1736-8050>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0623-0013>

Поступила в редакцию 23.06.2023

Принята к публикации 16.11.2023

**Аннотация:** Неудовлетворительное качество поверхностного слоя аддитивных изделий, в частности повышенная шероховатость поверхности, препятствует широкому применению селективного электронно-лучевого сплавления (СЭЛС). Одним из способов выглаживания, а также упрочнения поверхностного слоя является электроискровая обработка (ЭИО). В работе показана возможность модифицирования поверхности аддитивных образцов из сплава ВТ6 путем реакционной ЭИО многокомпонентными электродами. Для этого были использованы электроды из объемноаморфизуемого сплава  $Fe_{48}Cr_{15}Mo_{14}Y_2C_{15}B_6$  и высокоэнтропийного сплава  $FeCoCrNi_2$ . По результатам растровой электронной микроскопии установлено, что после ЭИО оба модифицированных слоя имеют толщину около 16 мкм. Рентгеноструктурный фазовый анализ показал, что в случае обработки аморфным электродом они содержат карбобориды типа  $Ti(B,C)$ , а в случае обработки высокоэнтропийным электродом – интерметаллиды типа  $Ti_2(Fe,Ni)$ . Модифицированные слои имеют средние значения твердости 19 и 10 ГПа и модуля упругости 234 и 157 ГПа соответственно, что значительно превышает значения этих параметров для сплава ВТ6, выращенного СЭЛС. Электроискровое модифицирование поверхности многокомпонентными электродами привело к уменьшению шероховатости в 8...11 раз за счет оплавления выступов и заполнения впадин расплавом на глубину более 50 мкм. Сравнительный анализ результатов трибологических испытаний показал изменение механизма износа в результате ЭИО аддитивного сплава ВТ6. Износостойкость повысилась на 4 и 3 порядка величины при применении электродов из объемноаморфизуемого и высокоэнтропийного сплава соответственно.

**Ключевые слова:** титановый сплав; селективное электронно-лучевое сплавление; шероховатость поверхности; выглаживание; упрочнение; износостойкость; электроискровая обработка; объемноаморфизуемые сплавы; высокоэнтропийные сплавы.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках государственного задания в сфере науки (проект № 0718-2020-0034).

Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Муканов С.К., Логинов П.А., Петржик М.И., Левашов Е.А. Электроискровое модифицирование поверхности аддитивного сплава ВТ6 высокоэнтропийным и аморфным электродами // *Frontier Materials & Technologies*. 2024. № 1. С. 49–60. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-5.

### ВВЕДЕНИЕ

Низкое качество поверхности является одним из основных факторов, ограничивающих развитие аддитивных технологий (АТ) [1; 2]. Селективное электронно-лучевое сплавление (СЭЛС), применяемое для выращивания титановых изделий, позволяет получить хорошие свойства в объеме, но на их поверхности формируются дефекты (непроплавленные частицы, поры, трещины),

что снижает поверхностно-чувствительные свойства, такие как износостойкость [3; 4]. В совокупности дефекты поверхности определяют повышенную шероховатость [5; 6], которая оказывает критическое влияние на срок службы и надежность изготавливаемых изделий [7]. В настоящее время для улучшения качества аддитивных поверхностей применяют различные методы постобработки, которые делятся на обработку с [8–10] и без [11–13] удаления поверхностного слоя.

К первым относятся методы механической обработки и электрохимической обработки, позволяющие получать довольно гладкие поверхности с шероховатостью менее 0,5 мкм. К последним можно отнести лазерную обработку и модификацию поверхности путем осаждения покрытий. В частности, в [13] продемонстрирована возможность применения лазерной полировки никелевого сплава Inconel 718, что позволило уменьшить шероховатость поверхности  $Ra$  с 7,5 до 1 мкм. Показано, что лазерное воздействие привело к уменьшению размера зерен и увеличению микротвердости с 345 до 440 HV. Основным недостатком подобных методов является неконтролируемый разогрев заготовки, который приводит к объемной рекристаллизации [14; 15]. Применение электроискровой обработки (ЭИО) изделий, выращенных СЭЛС, лишено этого недостатка, поскольку подводимая энергия приводит к незначительному разогреву [16; 17].

Особый интерес представляет применение в технологии реакционного ЭИО электродов из многокомпонентных сплавов, а именно объемноаморфизируемых сплавов (ОАС) и так называемых высокоэнтропийных сплавов (ВЭС).

Объемноаморфизируемые сплавы основаны на околоэвтектических составах многокомпонентных систем, в которых затвердевание расплава проходит при глубоком переохлаждении с образованием аморфной или метастабильных фаз [18]. Преимуществом данных электродов является их химическая и структурная однородность, характерная для металлических стекол, а околоэвтектический состав легкоплавких электродов обеспечивает глубокое переохлаждение расплава, образованного при локальном плавлении электрода, растекание капель расплава по поверхности подложки, заполнение впадин и получение модифицированных поверхностей с аморфной/нанокристаллической структурой.

Перспективностью использования в технологии ЭИО многокомпонентных литых электродов с высокой стеклообразующей способностью, полученных методом вакуумной металлургии, экспериментально показана в работах [18; 19]. В частности, в [18] литыми электродами  $Fe_{48}Cr_{15}Mo_{14}Y_2C_{15}B_6$  и  $Fe_{61}Ni_4Cr_3Nb_8Mn_4Si_2B_{18}$  проводили ЭИО подложек из углеродистой стали и титанового сплава VT20 (Ti–6,5Al–V–Mo–2Zr). ЭИО аморфными электродами позволила увеличить твердость титанового сплава VT20 в 3 раза и повысить износостойкость на 3 порядка. В работе [19] поверхность с аморфной структурой была получена в результате вакуумной ЭИО электродом  $Fe_{41}Co_7Cr_{15}Mo_{14}C_{15}B_6Y_2$  стальной подложки из AISI 420S. Отмечено, что низкая шероховатость электроискровых поверхностей была обеспечена за счет образования капель расплава, которые растекаются по поверхности подложки.

Благодаря высокой конфигурационной энтропии смешения компонентов ВЭС склонны образовывать единый

твердый раствор [20]. Однако он является метастабильным, и при нагреве, вызванном электроискровым разрядом, испытывает распад, продукты которого, взаимодействуя с элементами подложки, могут образовывать модифицированный слой, упрочненный интерметаллидами.

Рассмотренные выше исследования показывают, что применение многокомпонентных электродов в технологии ЭИО для улучшения качества аддитивных поверхностей является перспективным, но требует дополнительного изучения.

Цель исследования – опробование многокомпонентных сплавов с высокой стеклообразующей способностью, а также высокой энтропией смешения в качестве электродов для реакционной ЭИО аддитивного титанового сплава VT6.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве подложек (катодов) использовали сплав марки VT6 (Ti–6Al–4V), выращенный СЭЛС. Химический состав сплава представлен в таблице 1.

Стержневые электроды (аноды) из объемноаморфизируемого сплава  $Fe_{48}Cr_{15}Mo_{14}Y_2C_{15}B_6$  диаметром 3 мм были получены индукционной плавкой с последующей разливкой расплава в медную изложницу при давлении аргона 0,2 атм. Многокомпонентные электроды из высокоэнтропийного сплава  $FeCoCrNi_2$  были получены методом горячего прессования (ГП) на прессе DSP-515 SA (Dr. Fritsch, Германия) в вакууме при температуре 950 °C, давлении 35 МПа и изобарической выдержке 3 мин.

Электроискровую обработку проводили на установке Alier-Metal 303 в среде аргона при использовании вибродержателя анода по режиму: сила тока – 120 А; длительность импульсов – 20 мкс; напряжение – 20 В; энергия импульсов – 48 мДж; частота импульсов – 3200 Гц.

Кинетику массопереноса многокомпонентных электродов на титановую подложку при ЭИО (удельную эрозию анода  $\Delta A_i$  и удельный привес катода  $\Delta K_i$ ) снимали гравиметрическим методом в течение 5 мин на аналитических весах марки KERN 770 (KERN, Германия) с точностью  $10^{-5}$  г. Измерение массы катода и анода проводили каждую минуту после проведения ЭИО на установке Alier-Metal 303.

Рентгеноструктурный фазовый анализ (РФА) проводили с использованием спектров, полученных на дифрактометре D2 PHASER (Bruker AXS, Германия) в монохроматическом Cu-K $\alpha$  ( $\lambda_{K\alpha}=0,15418$  нм) излучении в интервале углов  $2\theta$  от 10° до 120°. Микроструктурные исследования выполняли на растровом электронном микроскопе (РЭМ) S-3400N (Hitachi High-Technology Corporation, Япония), оснащенном рентгеновским энергодисперсионным спектрометром NORAN System 7 (Thermo Scientific, США).

**Таблица 1.** Состав титанового сплава VT6 (Ti–6Al–4V) по ГОСТ 19807–91  
**Table 1.** Composition of the VT6 titanium alloy (Ti–6Al–4V) according to GOST 19807–91

Концентрация, ат. %						
Ti	Al	V	O	Si	Fe	Zr
83,74	10,98	4,08	0,57	0,24	0,24	0,15

Трибологические испытания проводили на машине трения Tribometer (CSM Instruments, Швейцария) при комнатной температуре при возвратно-поступательном движении по схеме «стержень – пластина». В качестве контртела использовали шарик диаметром 3 мм из стали марки 100Cr6 (аналог ШХ15). Условия испытаний: длина дорожки – 4 мм, прикладываемая нагрузка – 1 и 2 Н, максимальная скорость – 5 см/с. Наблюдение износа контртела проводили на оптическом микроскопе AXIOVERT CA25 (ZEISS, Германия) при 100-кратном увеличении. Дорожки износа и шероховатость поверхности изучали на оптическом профилометре WYKO NT1100 (Veeco, США). Исследование механических свойств (твердости и модуля упругости) проводили на нанотвердомере Nano-HardnessTester (CSM Instruments, Швейцария) при максимальной нагрузке 10 мН.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Поверхность подложек характеризовалась «рыхлым» рельефом (рис. 1 а), который формировали нерасплавленные сферические частицы исходного порошка размером 70...90 мкм, представляющие типичные дефекты для технологии СЭЛС.

Структура подложки была двухфазной и состояла из  $\alpha$ - и  $\beta$ -фаз титана с периодами решетки 0,2913 и 0,3152 нм соответственно (рис. 1 б).

Кривые кинетики массопереноса для обоих типов электродов, представленные на рис. 2, свидетельствуют об увеличении толщины электроискрового слоя в течение всей длительности обработки (5 мин/см<sup>2</sup>). Кривые увеличения массы подложек из титанового сплава, описываемые степенной функцией, свидетельствуют о низком вкладе обратного переноса. Наибольший прирост ( $\Delta K_5 = 5,0 \cdot 10^{-4}$  г) наблюдается при обработке ОАС-электродом. При этом эрозия ВЭС-электрода при обработке аддитивной поверхности титановой подложки проходила интенсивнее.

На рис. 3 представлены изображения микроструктуры СЭЛС-титанового сплава после обработки ОАС-электродом. Модифицированный слой толщиной около

16 мкм имеет градиентную структуру с выраженными темными включениями.

Согласно данным энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС), представленным в таблице 2, эти включения представляют собой карбидные зерна TiC. По мере увеличения расстояния от поверхности размер карбидных зерен увеличивается от 100 до 300 нм. Темная область 3 (рис. 3 б) на границе модифицированного слоя и подложки содержит несколько элементов (Ti, Fe, Cr, Mo, Al, Y, C) с преобладанием Ti (51,0 ат. %) и соответствует зоне первичного взаимодействия электрода и подложки.

Изображения микроструктуры титановой подложки после обработки ВЭС-электродом показаны на рис. 4. Обработка аддитивной поверхности титанового сплава ВЭС-электродом также привела к формированию модифицированного слоя толщиной 16 мкм (рис. 4 а). Видно, что модифицированный слой имеет структуру без включений по сравнению со слоем, образованным ОАС-электродом. Данный слой характеризуется высоким содержанием Ti (60...75 ат. %) по всей толщине. ЭДС (таблица 3) показала, что концентрация элементов в поверхностном слое (область 1) и заполненной расплавом впадине (область 3) практически одинакова, что говорит об однородном распределении элементов по всей толщине.

На рис. 4 б видно, что в результате воздействия электроискровых импульсов произошло локальное плавление и электрода, и подложки. Образованный при этом расплав заполнил поверхностные впадины подложки. Глубина заполнения впадин расплавом находится в пределах  $52,3 \pm 1,8$  мкм.

На рис. 5 и в таблице 4 приведены результаты РФА модифицированных слоев, сформированных при ЭИО многокомпонентными электродами. В результате обработки ОАС-электродом произошло взаимодействие химически активного титана с элементами электрода и были образованы кубические фазы: карбиды и интерметаллиды. По данным ЭДС (таблица 2) частицы карбида содержат Ti и C. Учитывая, что разрешающая способность ЭДС не позволяет идентифицировать бор, входящий в состав ОАС-электрода, эти частицы

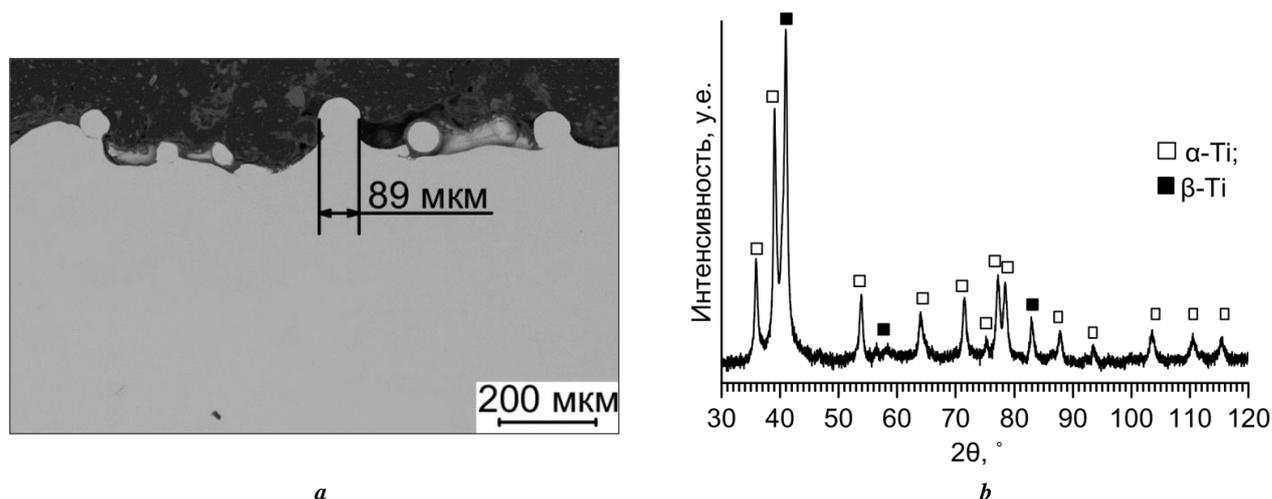
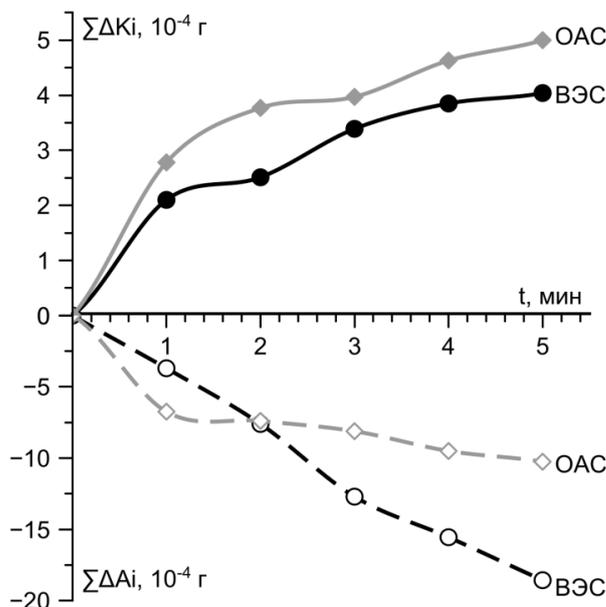
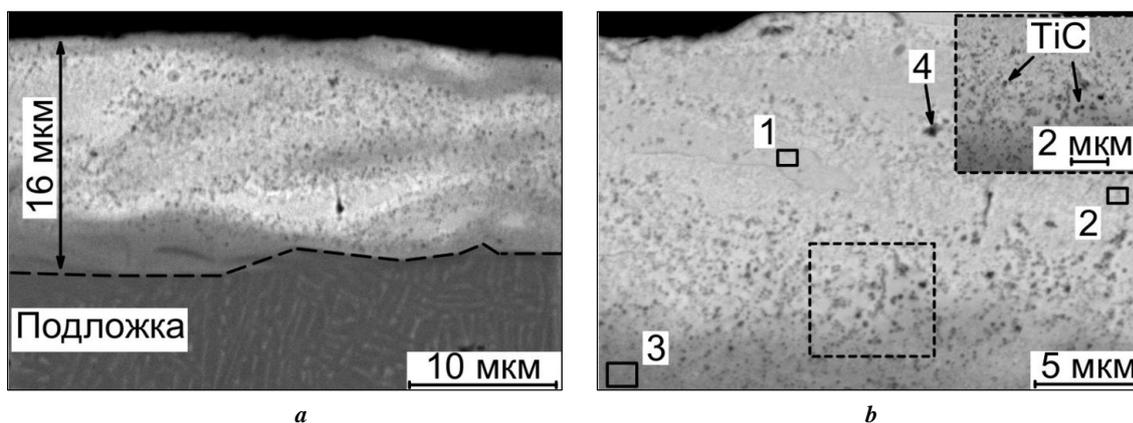


Рис. 1. Изображение поперечного шлифа (а) и дифрактограмма (б) СЭЛС-образца ВТ6 в исходном состоянии  
Fig. 1. Cross-section image (a) and diffraction pattern (b) of a VT6 EBPF sample in the initial state



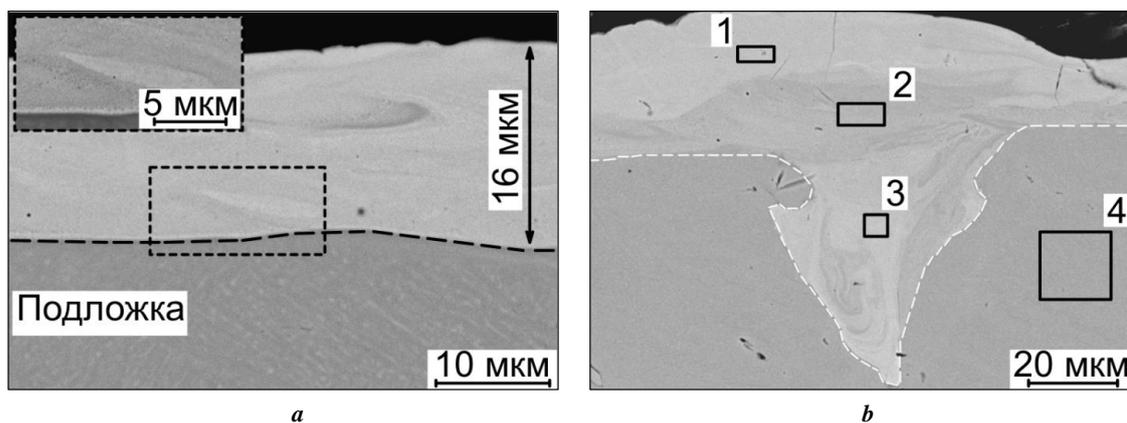
**Рис. 2.** Привес катода и эрозия анода при ЭИО титанового сплава ОАС- и ВЭС-электродами: сплошная линия – привес массы подложки, пунктирная линия – эрозия электрода  
**Fig. 2.** Cathode weight gain and anode erosion during EST of a titanium alloy with BMG and HEA electrodes solid line is substrate weight gain, dashed line is electrode erosion



**Рис. 3.** РЭМ-изображение в режиме обратно отраженных электронов (BSE) поперечного шлифа СЭЛС-образца ВТ6 после ЭИО ОАС-электродом (а); области ЭДС-анализа (на вставке увеличенное изображение выделенной области) (б)  
**Fig. 3.** SEM image in the backscattered electron (BSE) mode of the cross-section of the VT6 EBPF sample after EST with a BMG-electrode (a); EDX analysis area (inset contains a magnified image of the selected area) (b)

**Таблица 2.** Результаты ЭДС-анализа областей, показанных на рис. 3 б  
**Table 2.** EDX analysis results of areas shown at Fig. 3 b

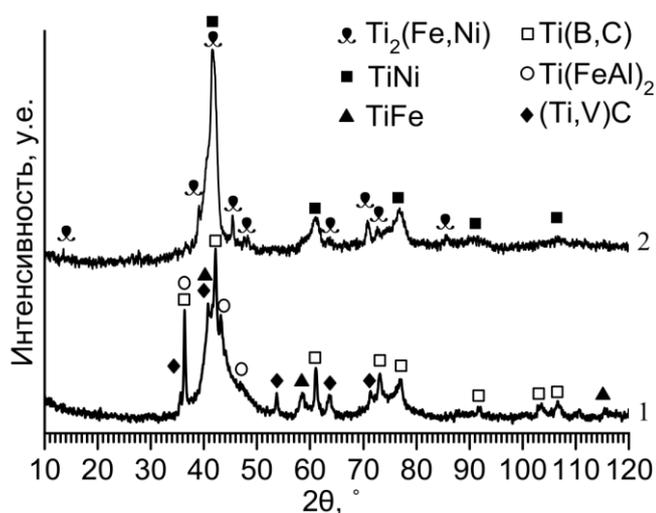
№	Концентрация, ат. %							
	Fe	C	Ti	Cr	Mo	Al	V	Y
1	33,4	24,4	19,6	10,7	8,0	2,7	0,9	0,4
2	32,7	25,5	19,0	10,5	9,1	2,0	0,8	0,4
3	15,6	19,3	51,0	5,4	4,3	4,0	–	0,4
4	16,1	35,4	34,1	6,0	5,8	1,3	–	–



**Рис. 4.** РЭМ-изображения в режиме обратно отраженных электронов (BSE): модифицированный слой СЭЛС-образца VT6 после ЭИО ВЭС-электродом (на вставке увеличенное изображение выделенной области) (а); глубокая впадина, заполненная расплавом при ЭИО (b)  
**Fig. 4.** SEM images in the backscattered electron (BSE) mode: modified layer of the VT6 EBPBF sample after EST with a HEA-electrode (insert contains a magnified image of the selected area) (a); a deep dimple filled with the melt during EST (b)

**Таблица 3.** Результаты ЭДС-анализа областей, показанных на рис. 4 б  
**Table 3.** EDX analysis results of areas shown at Fig. 4 b

№	Концентрация, ат. %						
	Ti	Ni	Fe	Al	Cr	Co	V
1	59,4	10,8	8,3	7,1	6,1	5,5	2,8
2	74,5	4,7	4,0	8,7	2,4	2,2	3,6
3	65,0	8,9	6,8	7,8	4,3	4,2	3,0
4	86,3	–	–	9,5	–	–	4,2



**Рис. 5.** Дифрактограмма СЭЛС-образца VT6 после ЭИО электродом: 1 – ОАС-электрод Fe<sub>48</sub>Cr<sub>15</sub>Mo<sub>14</sub>Y<sub>2</sub>C<sub>15</sub>B<sub>6</sub>; 2 – ВЭС-электрод FeCoCrNi<sub>2</sub>  
**Fig. 5.** X-ray diffraction pattern of the VT6 EBPBF sample after EST with an electrode: 1 – Fe<sub>48</sub>Cr<sub>15</sub>Mo<sub>14</sub>Y<sub>2</sub>C<sub>15</sub>B<sub>6</sub> BMG-electrode; 2 – FeCoCrNi<sub>2</sub> HEA-electrode

Таблица 4. Фазовый состав образцов, подвергнутых ЭИО  
Table 4. Phase composition of samples subjected to EST

Использованный при ЭИО электрод	Фаза	Содержание, вес. %	Период решетки, нм		
			(a)	(b)	(c)
Fe <sub>48</sub> Cr <sub>15</sub> Mo <sub>14</sub> Y <sub>2</sub> C <sub>15</sub> B <sub>6</sub>	Ti(B,C)	44,8	0,8558	–	–
	Ti(FeAl) <sub>2</sub>	27,5	0,4920	–	0,7988
	(Ti,V)C	14,6	0,2904	–	0,4640
	TiFe	13,1	0,3153	–	–
FeCoCrNi <sub>2</sub>	Ti <sub>2</sub> (Fe,Ni)	60,1	1,1296	–	–
	TiNi	39,9	0,3039	–	–

(рис. 3 б), вероятно, представляют собой карбориды типа Ti(B,C). Обнаружено также взаимодействие элементов подложки Al и V с электродом, приводящее к формированию гексагональных фаз Ti(FeAl)<sub>2</sub> и (Ti,V)C.

Структура модифицированного ВЭС-электродом слоя состоит из двух фаз, дифракционные пики на дифрактограмме можно отнести к кубическим фазам Ti<sub>2</sub>(Fe,Ni) и TiNi. Следует отметить гало на обеих дифрактограммах, подтверждающее образование при ЭИО аморфной фазы, как показано в [18], более выраженное для образца, обработанного ОАС-электродом.

Результаты исследования топографии поверхности модифицированных слоев представлены в таблице 5. Исходная аддитивная поверхность титанового образца характеризовалась высокой шероховатостью (*Ra*) 38,75±±3,00 мкм. Видно, что обработка многокомпонентными электродами заметно понижает значения среднего арифметического отклонения высоты профиля (*Ra*) и максимальной высоты профиля от пика до впадины (*Rz*) по сравнению с аддитивной поверхностью исходного титанового сплава. Минимальная шероховатость поверхности 3,53±0,31 мкм наблюдается при обработке ОАС-электродом и, вероятно, определяется высокой жидкотекучестью материала электрода.

Влияние ЭИО титанового сплава многокомпонентными электродами на трибологические и механические свойства можно проследить на рис. 6 и 7. Как видно на рис. 6 а, стартовый коэффициент трения (к. т.) для титановой подложки составляет 0,23, и он монотонно повышается до 0,33 в конце испытания. При скольжении контртела по слою, сформированному ОАС-электродом, заметны 3 стадии: до 1000 циклов сохраняется низкий (0,09...0,12) к. т.; в период приработки (до 1500 циклов) к. т. монотонно повышается с 0,15 до 0,32, а установившийся коэффициент трения достигает 0,36. Увеличение приложенной нагрузки с 1 до 2 Н на стальной шарик привело к увеличению к. т. до 0,39. При испытании слоя, сформированного ВЭС-электродом, стартовый к. т. самый высокий (0,25), а после 500 циклов наблюдается более значительное повышение к. т. до 0,48.

Результаты измерения механических свойств (рис. 6 б, таблица 6) показали, что ЭИО приводит к увеличению как твердости (в 4 раза для ОАС и 2 раза для ВЭС), так

и модуля упругости (в 1,7 раза для ОАС и 1,2 раза для ВЭС) титанового сплава. Средние значения твердости слоев, сформированных ОАС- и ВЭС-электродами, составили 18,7±2,5 и 10,0±0,9 ГПа соответственно.

С целью изучения характера износа образцов исследованы области трибоконтакта контртела и образца (рис. 7). Износ стального шарика показан на рис 7 а–с. Налипание продуктов износа на шарик при сохранении его сферической формы подтверждает более высокую твердость контртела по сравнению с титановым сплавом.

Наличие глубоких канавок в пятне износа контртела (рис. 7 б, 7 с) свидетельствует о большей твердости слоя, сформированного на ВТ6 при обработке многокомпонентными электродами, по сравнению с материалом контртела.

Приведенный износ необработанного титанового сплава является самым высоким (10<sup>-3</sup> мм<sup>3</sup>/(Н·м)). После обработки титанового сплава ОАС-электродом бороздка износа при нагрузке 1 Н не обнаружена, что соответствует значению приведенного износа менее 10<sup>-7</sup> мм<sup>3</sup>/(Н·м). Поэтому для испытаний образцов с модифицированным слоем нагрузка была увеличена до 2 Н. При увеличении приложенной нагрузки с 1 до 2 Н (таблица 6) износ стального контртела увеличился с 3,18 до 3,84·10<sup>-5</sup> мм<sup>3</sup>/(Н·м), при этом износ модифицированного слоя не изменился (<10<sup>-7</sup> мм<sup>3</sup>/(Н·м)).

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Как известно [21], эрозия электродов при электроискровом разряде зависит от ряда факторов: плотности, теплоемкости, удельной теплоты плавления, термического коэффициента электросопротивления и др. Большое влияние на эрозионную стойкость электродов оказывает их пористость. Ранее [22] для увеличения эрозии и ускорения массопереноса при ЭИО применяли электроды с повышенной пористостью (5–10 %), полученные методами порошковой металлургии. В данном исследовании ВЭС-электроды изготавливали по технологии ГП, поэтому большие значения эрозии (рис. 2) можно объяснить наличием в них пор (пористость 3,8±0,2 %). Увеличение привеса массы катода ( $\Delta K_5=5,0 \cdot 10^{-4}$  г) при обработке ОАС-электродом можно

Таблица 5. Шероховатость поверхности СЭЛС-образцов сплава ВТ6 до и после ЭИО  
 Table 5. Surface roughness of the VT6 alloy EBPBF samples before and after EST

Образец	$R_a$ , мкм	$R_z$ , мкм
СЭЛС сплава ВТ6	38,75±3,00	221,72±38,00
ЭИО электродом ОАС	3,53±0,31	36,19±5,00
ЭИО электродом ВЭС	4,66±0,28	37,26±3,98

Таблица 6. Трибологические и механические свойства образцов  
 Table 6. Tribological and mechanical properties of samples

Образец	$I$ , $10^{-5} \cdot \text{мм}^3/(\text{Н} \cdot \text{м})$		к. т. (конечный)	H, ГПа	E, ГПа
	образца	контртела			
СЭЛС сплава ВТ6	159,60	налипание	0,33	4,7±0,3	136±7
+ЭИО электродом ОАС	<10 <sup>-7</sup>	3,18	0,36	18,7±2,5	234±32
+ЭИО электродом ОАС*	<10 <sup>-7</sup>	3,84	0,39		
+ЭИО электродом ВЭС*	3,24	3,33	0,48	10,0±0,9	157±15

Примечание. \*Приложенная нагрузка – 2 Н.  
 Note. \*Applied load is 2 N.

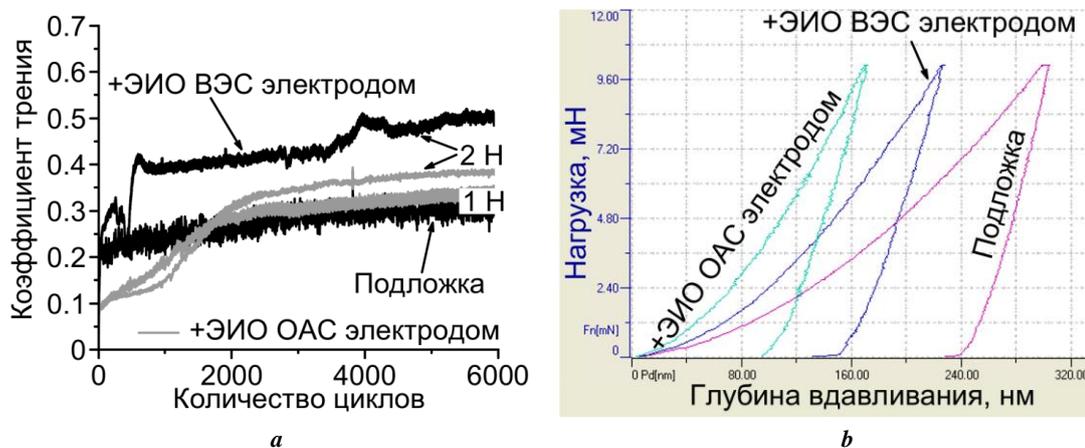


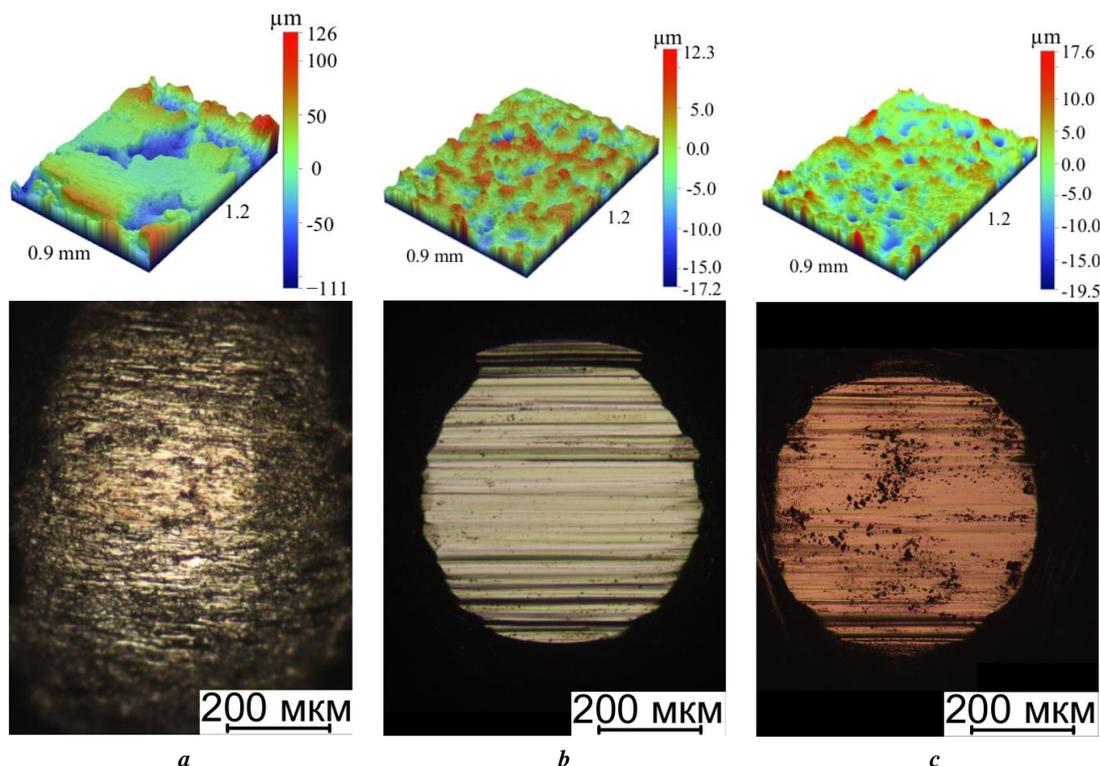
Рис. 6. Экспериментальные зависимости коэффициента трения от количества циклов (а) и кривые наноиндентирования (b)  
 Fig. 6. Experimental dependences of the friction coefficient on the number of cycles (a) and nanoindentation curves (b)

объяснить более низкой температурой плавления, более высокой способностью расплава к переохлаждению ( $\Delta T=38$  °C) и его лучшей жидкотекучестью [18].

Модифицированные слои, сформированные при ЭИО многокомпонентными электродами, имеют градиентную или слоистую структуру. Вероятно, подобная структура обусловлена перемешиванием капель расплава, содержащих элементы подложки и электрода в результате многократного воздействия импульсных электроискровых разрядов. В процессе ЭИО искровые

импульсы длительностью 20 мкс вызывают локальный разогрев и плавление анода и катода, обеспечивая их химическое и диффузионное взаимодействие, приводящее к реакционному фазообразованию. Отвод тепла металлической подложкой обеспечивает высокую скорость закалки расплава –  $10^5$ – $10^7$  К/с [18; 23], что приводит к упрочнению поверхностного слоя.

Модифицированный слой, полученный при ЭИО аморфным электродом  $\text{Fe}_{48}\text{Cr}_{15}\text{Mo}_{14}\text{Y}_2\text{C}_{15}\text{B}_6$ , существенно отличается по структуре от слоя, полученного



**Рис. 7.** Микрофотографии контртел и 3D-изображения дорожек износа образцов после трибоиспытаний: исходный сплав ВТ6 (при нагрузке 1 Н) (а); модифицированные слои, сформированные: ОАС-электродом (b); ВЭС-электродом (с) (оба при нагрузке 2 Н)

**Fig. 7.** Micrographs of counterbodies and 3D-images of wear tracks after tribotests of samples: the VT6 alloy tested at the load of 1 N (a); of modified layers formed with BMG-electrode (b); HEA-electrode (c) (both tested at 2 N)

ЭИО электродом FeCoCrNi<sub>2</sub>. Характерной особенностью первого (рис. 3) является его градиентная структура, размер карборидных зерен Ti(B,C) меняется в пределах 100...500 нм, причем более крупные частицы располагаются дальше от поверхности. При обработке электродом FeCoCrNi<sub>2</sub> формируется слой с преобладающей долей интерметаллида Ti<sub>2</sub>(Fe,Ni). Повышенное содержание Ti (таблица 3) в данном модифицированном слое обусловлено составом обрабатывающего электрода. В составе аморфного электрода, в отличие от ВЭС, присутствуют активные металлоиды (углерод, бор), которые реагируют с Ti, образуя новые фазы (в частности, Ti(B,C)).

Как видно из таблицы 5, шероховатость модифицированных слоев, как и стартовый к. т. (рис. 6 а), была гораздо ниже, чем у аддитивной поверхности исходного СЭЛС ВТ6.

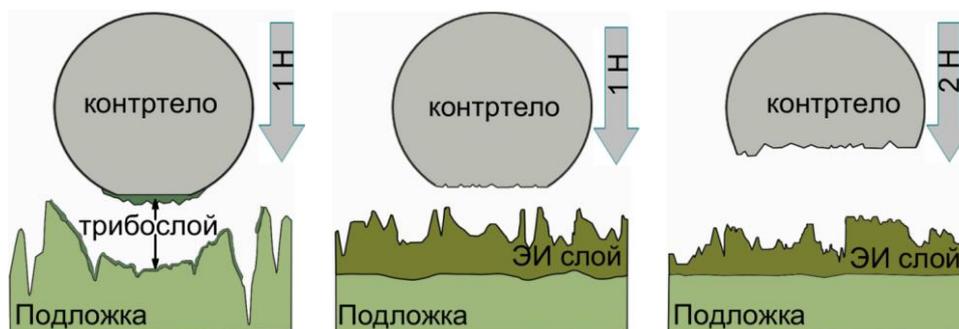
Как показано на рис. 7 б и 7 с, в области контакта контртела с модифицированными слоями меняется механизм изнашивания. Наблюдается не налипание продуктов износа, а образование глубоких бороздок, что более выражено после испытаний образца, обработанного ОАС-электродом, в структуре которого присутствуют карбидные зерна TiC (рис. 3). Это свидетельствует о царапании контртела твердыми частицами, выкрашенными из модифицированного слоя образца на начальном этапе испытания, где может преобладать абразивный механизм износа. Изнашивание образца, обработанного ВЭС-электродом, проходит путем не только выкрашивания в начале испытания, но и из-

мельчения в дальнейшем частиц твердой и хрупкой фазы Ti<sub>2</sub>(Fe,Ni), что приводит к выглаживанию продуктами износа центральной части контртела. В данном случае монотонное увеличение коэффициента трения до 0,48 при скольжении контртела проходит из-за увеличения площади контакта.

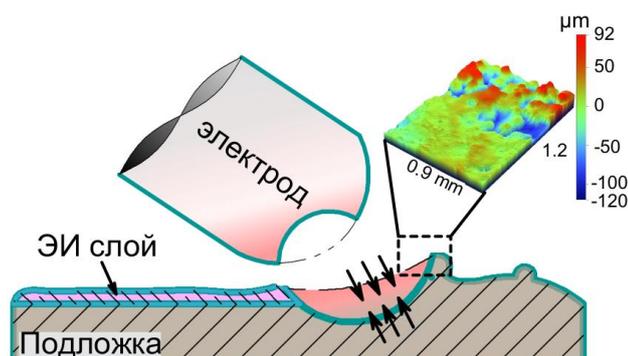
На основании комплексного трибологического исследования (рис. 8) показано схематическое изображение механизма износа исходного титанового сплава и образцов с модифицированными слоями. Пониженный к. т. (0,33) при скольжении контртела по поверхности необработанного образца, вероятно, обусловлен протеканием твердофазной реакции химически активного Ti с материалом контртела из стали ШХ15 (100Cr6). В результате чего при скольжении шарика происходит налипание продуктов износа на его поверхность (рис. 7 а). Уплотнение продуктов износа под нагрузкой приводит к образованию трибослоя в зоне контакта, обеспечивающего пониженный коэффициент трения.

Увеличение нагрузки до 2 Н при испытании слоя после обработки ОАС-электродом практически не приводит к изменению конечного коэффициента трения (таблица 6). Это свидетельствует о том, что изнашивание данного слоя во время всего испытания происходило по одному и тому же механизму. При этом наблюдается увеличение износа контртела, но износ модифицированного слоя остается неизменным.

Сопоставляя результаты РФА с трибологическими испытаниями, можно заключить, что повышение на



**Рис. 8.** Схематическое изображение механизма износа образцов до и после ЭИО  
**Fig. 8.** Schematic diagram of the wear mechanism of samples before and after EST



**Рис. 9.** Схема и 3D-изображение поверхности СЭЛС-образца ВТ6 после ЭИО многокомпонентными электродами  
**Fig. 9.** Scheme and 3D-image of the surface of the VT6 EBPF sample after EST with multicomponent electrodes

4 порядка износостойкости титанового образца, обработанного ОАС-электродом, обусловлено образованием карбоборида  $Ti(B,C)$ . В случае обработки ВЭС-электродом, несмотря на высокую объемную долю  $Ti_2(Fe,Ni)$ , модифицированный слой обладает достаточно высоким значением приведенного износа  $3,24 \cdot 10^{-5} \text{ мм}^3/(\text{Н} \cdot \text{м})$  по сравнению с поверхностью, обработанной ОАС-электродом. Таким образом, фазовый состав и микроструктура модифицированных слоев коррелируют с механическими и трибологическими характеристиками. Присутствие в модифицированных слоях фаз с высокой твердостью ( $Ti(B,C)$ ,  $Ti_2(Fe,Ni)$ ) в сочетании с мелкокристаллической структурой привело к заметному повышению твердости и модуля упругости по сравнению со сплавом ВТ6.

Схема выглаживания аддитивной поверхности титанового сплава (подложки) представлена на рис. 9. Основываясь на исследовании структуры и морфологии поверхности аддитивного образца до (рис. 1) и после ЭИО (рис. 3, 4), можно предположить, что при обработке СЭЛС-образца многокомпонентными электродами происходит локальное оплавление выступов на их поверхности с образованием расплава, состоящего из элементов электрода и подложки. Этот расплав растекается по поверхности и заполняет впадины глубиной более 50 мкм. Таким образом может быть объяснено наблюдаемое уменьшение средней шероховатости по-

верхности в 8 и 11 раз для ВЭС- и ОАС-электродов соответственно.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Электроискровая обработка аддитивной поверхности титанового сплава электродами из многокомпонентных сплавов привела к формированию модифицированных слоев толщиной около 16 мкм с мелкозернистой микроструктурой. При обработке аморфным электродом формируется слой градиентной структуры, размер карбоборидных зерен  $Ti(B,C)$  меняется в пределах 100...500 нм, причем более крупные частицы располагаются дальше от поверхности.

2. Результаты сравнительных трибологических испытаний СЭЛС-образца с модифицированными слоями показали, что ЭИО многокомпонентными электродами позволяет увеличить износостойкость титанового сплава. Установлено, что повышение на 4 порядка износостойкости СЭЛС-образцов титанового сплава, обработанного аморфным электродом, связано с образованием в поверхностном слое карбоборида  $Ti(B,C)$  за счет взаимодействия химически активного расплава с подложкой.

3. Результаты исследования механических свойств показали, что ЭИО приводит к увеличению как твердости (в 2 и 4 раза), так и модуля упругости (в 1,2 и 1,7 раза)

сплава ВТ6 при обработке высокоэнтропийными и аморфными электродами соответственно. Ключевую роль в упрочнении играет наличие в модифицированных слоях твердых и износостойких интерметаллидов или карборидов, а также закалка капель расплава при ЭИО.

4. Продемонстрировано, что при ЭИО многокомпонентными электродами образуется расплав, который растекается по поверхности титанового сплава, заполняя впадины глубиной более 50 мкм, что приводит к снижению шероховатости поверхности в 8 и 11 раз для ВЭС- и ОАС-электродов соответственно.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Murr L.E., Gaytan S.M., Ceylan A. et al. Characterization of titanium aluminide alloy components fabricated by additive manufacturing using electron beam melting // *Acta Materialia*. 2010. Vol. 58. № 5. P. 1887–1894. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.11.032](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.11.032).
- Leary M. Surface roughness optimisation for selective laser melting (SLM): Accommodating relevant and irrelevant surfaces // *Laser Additive Manufacturing: Materials, Design, Technologies and Applications*. Sawston: Woodhead Publishing, 2017. P. 99–118. DOI: [10.1016/B978-0-08-100433-3.00004-X](https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100433-3.00004-X).
- Karlsson J., Snis A., Engqvist H., Lausmaa J. Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti–6Al–4V powder fractions // *Journal of Materials Processing Technology*. 2013. Vol. 213. № 12. P. 2109–2118. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2013.06.010](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2013.06.010).
- Calignano F., Manfredi D., Ambrosio E.P. et al. Overview on Additive Manufacturing Technologies // *Proceedings of the IEEE*. 2017. Vol. 105. № 4. P. 593–612. DOI: [10.1109/JPROC.2016.2625098](https://doi.org/10.1109/JPROC.2016.2625098).
- Nasab M.H., Gastaldi D., Lecis N.F., Vedani M. On morphological surface features of the parts printed by selective laser melting (SLM) // *Additive Manufacturing*. 2018. Vol. 24. P. 373–377. DOI: [10.1016/j.addma.2018.10.011](https://doi.org/10.1016/j.addma.2018.10.011).
- Leuders S., Thöne M., Riemer A., Niendorf T., Tröster T., Richard H.A., Maier H.J. On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance // *International Journal of Fatigue*. 2013. Vol. 48. P. 300–307. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011).
- Fé-Perdomo I.L., Ramos-Grez J., Mujica R., Rivas M. Surface roughness Ra prediction in Selective Laser Melting of 316L stainless steel by means of artificial intelligence inference // *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*. 2023. Vol. 35. № 2. P. 148–156. DOI: [10.1016/j.jksues.2021.03.002](https://doi.org/10.1016/j.jksues.2021.03.002).
- Асфандияров Р.Н., Рааб Г.И., Гундеров Д.В., Аксенов Д.А., Рааб А.Г., Гундерова С.Д., Шишкунова М.А. Шероховатость и микротвердость ультрамелкозернистого титана Grade 4, подвергнутого безабразивной ультразвуковой финишной обработке // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 3-1. С. 41–49. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-1-41-49](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-1-41-49).
- Bagehorn S., Wehr J., Maier H.J. Application of mechanical surface finishing processes for roughness reduction and fatigue improvement of additively manufactured Ti-6Al-4V parts // *International Journal of Fatigue*. 2017. Vol. 102. P. 135–142. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2017.05.008](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.05.008).
- Tan K.L., Yeo S.H. Surface modification of additive manufactured components by ultrasonic cavitation abrasive finishing // *Wear*. 2017. Vol. 378-379. P. 90–95. DOI: [10.1016/j.wear.2017.02.030](https://doi.org/10.1016/j.wear.2017.02.030).
- Yasa E., Kruth J.-P. Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting // *Procedia Engineering*. 2011. Vol. 19. P. 389–395. DOI: [10.1016/j.proeng.2011.11.130](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2011.11.130).
- Zhang Baicheng, Zhu Lin, Liao Hanlin, Coddet C. Improvement of surface properties of SLM parts by atmospheric plasma spraying coating // *Applied Surface Science*. 2012. Vol. 263. P. 777–782. DOI: [10.1016/j.apsusc.2012.09.170](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2012.09.170).
- Fang Zhihao, Lu Libin, Chen Longfei, Guan Yingchun. Laser Polishing of Additive Manufactured Superalloy // *Procedia CIRP*. 2018. Vol. 71. P. 150–154. DOI: [10.1016/j.procir.2018.05.088](https://doi.org/10.1016/j.procir.2018.05.088).
- Barile C., Casavola C., Pappaletta G., Renna G. Advancements in Electrospark Deposition (ESD) Technique: A Short Review // *Coatings*. 2022. Vol. 12. № 10. Article number 1536. DOI: [10.3390/coatings12101536](https://doi.org/10.3390/coatings12101536).
- Wang De, Deng Shaojun, Chen Hui, Chi Changtai, Hu Dean, Wang Wengin, He Wen, Liu Xiubo. Microstructure and properties of TiC particles planted on single crystal superalloy by electrospark discharging // *Surface and Coatings Technology*. 2023. Vol. 461. Article number 129438. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2023.129438](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2023.129438).
- Liu Xiao-Qin, Zhang Yu-Xing, Wang Xiao-Rong, Wang Zhao-Qin, He Peng. Microstructure and corrosion properties of AlCrNiCu0.5Mo (x = 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0) high entropy alloy coatings on Q235 steel by electrospark – Computer numerical control deposition // *Materials Letters*. 2021. Vol. 292. Article number 129642. DOI: [10.1016/j.matlet.2021.129642](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129642).
- Муканов С.К., Басков Ф.А., Петржик М.И., Левашов Е.А. Электроискровая обработка легкоплавкими электродами Al–Si и Al–Ca для повышения стойкости к износу и окислению сплава ЭП741НП, полученного селективным лазерным сплавлением // *Металлург*. 2022. № 3. С. 70–77. DOI: [10.52351/00260827\\_2022\\_03\\_70](https://doi.org/10.52351/00260827_2022_03_70).
- Petrzhik M., Molokanov V., Levashov E. On conditions of bulk and surface glass formation of metallic alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2017. Vol. 707. P. 68–72. DOI: [10.1016/j.jallcom.2016.12.293](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.293).
- Sheveyko A.N., Kuptsov K.A., Antonyuk M.N., Bazlov A.I., Shtansky D.V. Electro-spark deposition of amorphous Fe-based coatings in vacuum and in argon controlled by surface wettability // *Materials Letters*. 2022. Vol. 318. Article number 132195. DOI: [10.1016/j.matlet.2022.132195](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.132195).
- Mukanov S., Loginov P., Fedotov A., Bychkova M., Antonyuk M., Levashov E. The Effect of Copper on the Microstructure, Wear and Corrosion Resistance of CoCrCuFeNi High-Entropy Alloys Manufactured by Powder Metallurgy // *Materials*. 2023. Vol. 16. № 3. Article number 1178. DOI: [10.3390/ma16031178](https://doi.org/10.3390/ma16031178).
- Гитлевич А.Е., Михайлов В.В., Парканский Н.Я., Ревуцкий В.М. Электроискровое легирование ме-

таллических поверхностей. Кишинев: Штиинца, 1985. 196 с.

22. Levashov E.A., Merzhanov A.G., Shtansky D.V. Advanced Technologies, Materials and Coatings Developed in Scientific-Educational Center of SHS // *Galvanotechnik*. 2009. Vol. 100. № 9. P. 2102–2114. EDN: [MWXOPL](#).
  23. Zhao Wang, Su Hao, He Weifeng, Wang Xiaorong, Cui Xiaoyu, Luo Sihai. Defect Control of Electro-spark Deposition WC–Co Coatings via Adjusting Pulse Energy and Deposited Layer Number // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2023. Vol. 32. P. 1402–1411. DOI: [10.1007/s11665-022-07204-6](#).
- REFERENCES**
1. Murr L.E., Gaytan S.M., Ceylan A. et al. Characterization of titanium aluminide alloy components fabricated by additive manufacturing using electron beam melting. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58, no. 5, pp. 1887–1894. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.11.032](#).
  2. Leary M. Surface roughness optimisation for selective laser melting (SLM): Accommodating relevant and irrelevant surfaces. *Laser Additive Manufacturing: Materials, Design, Technologies and Applications*. Sawston, Woodhead Publishing, 2017, pp. 99–118. DOI: [10.1016/B978-0-08-100433-3.00004-X](#).
  3. Karlsson J., Snis A., Engqvist H., Lausmaa J. Characterization and comparison of materials produced by Electron Beam Melting (EBM) of two different Ti–6Al–4V powder fractions. *Journal of Materials Processing Technology*, 2013, vol. 213, no. 12, pp. 2109–2118. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2013.06.010](#).
  4. Calignano F., Manfredi D., Ambrosio E.P. et al. Overview on Additive Manufacturing Technologies. *Proceedings of the IEEE*, 2017, vol. 105, no. 4, pp. 593–612. DOI: [10.1109/JPROC.2016.2625098](#).
  5. Nasab M.H., Gastaldi D., Lecis N.F., Vedani M. On morphological surface features of the parts printed by selective laser melting (SLM). *Additive Manufacturing*, 2018, vol. 24, pp. 373–377. DOI: [10.1016/j.addma.2018.10.011](#).
  6. Leuders S., Thöne M., Riemer A., Niendorf T., Tröster T., Richard H.A., Maier H.J. On the mechanical behaviour of titanium alloy TiAl6V4 manufactured by selective laser melting: Fatigue resistance and crack growth performance. *International Journal of Fatigue*, 2013, vol. 48, pp. 300–307. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2012.11.011](#).
  7. Fé-Perdomo I.L., Ramos-Grez J., Mujica R., Rivas M. Surface roughness Ra prediction in Selective Laser Melting of 316L stainless steel by means of artificial intelligence inference. *Journal of King Saud University - Engineering Sciences*, 2023, vol. 35, no. 2, pp. 148–156. DOI: [10.1016/j.jksues.2021.03.002](#).
  8. Asfandiyarov R.N., Raab G.I., Gunderov D.V., Aksenov D.A., Raab A.G., Gunderova S.D., Shishkunova M.A. Roughness and microhardness of UFG grade 4 titanium under abrasive-free ultrasonic finishing. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 3-1, pp. 41–49. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-1-41-49](#).
  9. Bagehorn S., Wehr J., Maier H.J. Application of mechanical surface finishing processes for roughness reduction and fatigue improvement of additively manufactured Ti-6Al-4V parts. *International Journal of Fatigue*, 2017, vol. 102, pp. 135–142. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2017.05.008](#).
  10. Tan K.L., Yeo S.H. Surface modification of additive manufactured components by ultrasonic cavitation abrasive finishing. *Wear*, 2017, vol. 378–379, pp. 90–95. DOI: [10.1016/j.wear.2017.02.030](#).
  11. Yasa E., Kruth J.-P. Microstructural investigation of Selective Laser Melting 316L stainless steel parts exposed to laser re-melting. *Procedia Engineering*, 2011, vol. 19, pp. 389–395. DOI: [10.1016/j.proeng.2011.11.130](#).
  12. Zhang Baicheng, Zhu Lin, Liao Hanlin, Coddet C. Improvement of surface properties of SLM parts by atmospheric plasma spraying coating. *Applied Surface Science*, 2012, vol. 263, pp. 777–782. DOI: [10.1016/j.apsusc.2012.09.170](#).
  13. Fang Zhihao, Lu Libin, Chen Longfei, Guan Yingchun. Laser Polishing of Additive Manufactured Superalloy. *Procedia CIRP*, 2018, vol. 71, pp. 150–154. DOI: [10.1016/j.procir.2018.05.088](#).
  14. Barile C., Casavola C., Pappalettera G., Renna G. Advancements in Electrospark Deposition (ESD) Technique: A Short Review. *Coatings*, 2022, vol. 12, no. 10, article number 1536. DOI: [10.3390/coatings12101536](#).
  15. Wang De, Deng Shaojun, Chen Hui, Chi Changtai, Hu Dean, Wang Wengin, He Wen, Liu Xiubo. Microstructure and properties of TiC particles planted on single crystal superalloy by electrospark discharging. *Surface and Coatings Technology*, 2023, vol. 461, article number 129438. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2023.129438](#).
  16. Liu Xiao-Qin, Zhang Yu-Xing, Wang Xiao-Rong, Wang Zhao-Qin, He Peng. Microstructure and corrosion properties of AlCr<sub>x</sub>NiCu<sub>0.5</sub>Mo (x = 0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0) high entropy alloy coatings on Q235 steel by electro-spark – Computer numerical control deposition. *Materials Letters*, 2021, vol. 292, article number 129642. DOI: [10.1016/j.matlet.2021.129642](#).
  17. Mukanov S.K., Baskov F.A., Petrzhik M.I., Levashov E.A. Electro-spark treatment with low-melting Al–Si and Al–Ca electrodes in order to improve wear and oxidation resistance of EP741NP alloy prepared by selective laser melting. *Metallurgist*, 2022, vol. 66, no. 3, pp. 317–326. DOI: [10.1007/s11015-022-01331-0](#).
  18. Petrzhik M., Molokanov V., Levashov E. On conditions of bulk and surface glass formation of metallic alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, vol. 707, pp. 68–72. DOI: [10.1016/j.jallcom.2016.12.293](#).
  19. Sheveyko A.N., Kuptsov K.A., Antonyuk M.N., Bazlov A.I., Shtansky D.V. Electro-spark deposition of amorphous Fe-based coatings in vacuum and in argon controlled by surface wettability. *Materials Letters*, 2022, vol. 318, article number 132195. DOI: [10.1016/j.matlet.2022.132195](#).
  20. Mukanov S., Loginov P., Fedotov A., Bychkova M., Antonyuk M., Levashov E. The Effect of Copper on the Microstructure, Wear and Corrosion Resistance of CoCrCuFeNi High-Entropy Alloys Manufactured by Powder Metallurgy. *Materials*, 2023, vol. 16, no. 3, article number 1178. DOI: [10.3390/ma16031178](#).
  21. Gitlevich A.E., Mikhaylov V.V., Parkanskiy N.Ya., Revutskiy V.M. *Elektroiskrovoe legirovanie metallicheskikh poverkhnostey* [Electric-Spark Alloying of Metal Surfaces]. Kishinev, Shtiintsa Publ., 1985. 196 p.

22. Levashov E.A., Merzhanov A.G., Shtansky D.V. Advanced Technologies, Materials and Coatings Developed in Scientific-Educational Center of SHS. *Galvanotechnik*, 2009, vol. 100, no. 9, pp. 2102–2114. EDN: [MWXOPL](#).
23. Zhao Wang, Su Hao, He Weifeng, Wang Xiaorong, Cui Xiaoyu, Luo Sihai. Defect Control of Electro-spark Deposition WC–Co Coatings via Adjusting Pulse Energy and Deposited Layer Number. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2023, vol. 32, pp. 1402–1411. DOI: [10.1007/s11665-022-07204-6](#).

## Electrospark modification of the surface of additive VT6 alloy with high-entropy and amorphous electrodes

© 2024

**Samat K. Mukanov**<sup>\*1</sup>, PhD (Engineering), junior researcher of Scientific-Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis

**Pavel A. Loginov**<sup>2</sup>, PhD (Engineering), senior researcher of Scientific-Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis

**Mikhail I. Petrzhik**<sup>3</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), professor of Chair of Powder Metallurgy and Functional Coatings, leading researcher of Scientific-Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis

**Evgeny A. Levashov**<sup>4</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of Chair of Powder Metallurgy and Functional Coatings,

Head of Scientific-Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis

*National University of Science and Technology MISIS, Moscow (Russia)*

\*E-mail: [smukanov@isis.ru](mailto:smukanov@isis.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6719-6237>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2505-2918>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1736-8050>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0623-0013>

Received 23.06.2023

Accepted 16.11.2023

**Abstract:** Unsatisfactory quality of the surface layer of additive products, in particular increased surface roughness, prevents the widespread use of electron beam powder bed fusion (EBPBF). Electrospark treatment (EST) is one of the methods for smoothing and hardening the surface layer. The work shows the possibility of modifying the surface of additive VT6 alloy samples by reactive EST with multicomponent electrodes. For this purpose, the authors used electrodes made of the Fe<sub>48</sub>Cr<sub>15</sub>Mo<sub>14</sub>Y<sub>2</sub>C<sub>15</sub>B<sub>6</sub> bulk metallic glass forming alloy and the FeCoCrNi<sub>2</sub> high-entropy alloy. Based on the results of scanning electron microscopy, it was identified that after EST, both modified layers have a thickness of about 16 μm. X-ray diffraction phase analysis showed that in the case of treatment with an amorphous electrode they contain carboborides of the Ti(B,C) type, and in the case of treatment with a high-entropy electrode – intermetallic of the Ti<sub>2</sub>(Fe,Ni) type. The modified layers have average hardness values of 19 and 10 GPa and elastic modulus of 234 and 157 GPa, respectively, which significantly exceeds the values of these parameters for the EBPBF-grown VT6 alloy. Electric discharge modification of the surface with multicomponent electrodes led to a decrease in roughness by 8...11 times due to the melting of the protrusions and filling of the dimples with the melt to a depth of more than 50 μm. A comparative analysis of the results of tribological tests showed a change in the wear mechanism as a result of EST of the additive VT6 alloy. Wear resistance increased by 4 and 3 orders of magnitude when using electrodes made of a bulk metallic glass and high-entropy alloy, respectively.

**Keywords:** titanium alloy; electron beam powder bed fusion; surface roughness; smoothing; hardening; wear resistance; electrospark treatment; bulk metallic glass forming alloy; high-entropy alloys.

**Acknowledgements:** The work was financially supported by the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation within the state assignment in the sphere of science (project No. 0718-2020-0034).

The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Mukanov S.K., Loginov P.A., Petrzhik M.I., Levashov E.A. Electrospark modification of the surface of additive VT6 alloy with high-entropy and amorphous electrodes. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 49–60. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-5](#).

## Исследование температуры концевого фрезерования низколегированной стали в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состояниях

© 2024

*Расторгуев Дмитрий Александрович*<sup>1</sup>, кандидат технических наук,  
доцент кафедры «Оборудование и технологии машиностроительного производства»

*Севастьянов Александр Александрович*<sup>\*2</sup>, аспирант  
кафедры «Оборудование и технологии машиностроительного производства»

*Клевцов Геннадий Всеволодович*, доктор технических наук,  
профессор кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

*Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)*

\*E-mail: alex-119977@yandex.ru,  
a.sevastyanov@ttsu.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6298-1068>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7465-650X>

Поступила в редакцию 05.07.2023

Принята к публикации 29.01.2024

**Аннотация:** Представлены результаты исследования температуры концевого фрезерования низколегированной стали в зависимости от режимов резания и типа кристаллической структуры. Эксперимент проводился на универсальном фрезерном станке PROMA FHV-50PD. Обработку заготовок осуществляли твердосплавной фрезой 12-12D-30C-75L-4F HRC55. В ходе обработки охлаждение не использовалось. Полученные данные подвергались статистическому анализу с целью выявления зависимости температуры концевого фрезерования низколегированной стали от режимов обработки и кристаллической структуры стали. При создании математической модели температуры резания проводился бутстреп-анализ для определения значимости параметров режимов обработки. Выбор математической модели производился с использованием информационного критерия Акаике. Обнаружено, что математические модели зависимости температуры от режимов обработки для обоих типов кристаллической структуры включают глубину резания во второй степени. При этом для стали в ультрамелкозернистом состоянии статистически значима не только глубина резания, но и подача. Влияния скорости резания на температуру в исследуемом диапазоне режимов обработки обнаружить не удалось. Таким образом, при обработке фрезерованием данной группы материалов преобладающее влияние на температурный режим оказывает силовая составляющая, в первую очередь определяемая глубиной резания. Уровень температуры резания при обработке стали в ультрамелкозернистом состоянии в целом выше, чем при обработке стали в крупнозернистом состоянии, что должно быть связано с повышенными физико-механическими свойствами стали с ультрамелкозернистой кристаллической структурой.

**Ключевые слова:** резание материалов; крупнозернистая (КЗ) и ультрамелкозернистая (УМЗ) структура; низколегированная сталь; температура резания; концевое фрезерование.

**Благодарности:** Авторы благодарят директора НИИ ФПМ при Уфимском университете науки и технологий (г. Уфа) профессора Р.З. Валиева за любезное предоставление материалов для исследования.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 20-69-47059, <https://rscf.ru/project/20-69-47059/>).

**Для цитирования:** Расторгуев Д.А., Севастьянов А.А., Клевцов Г.В. Исследование температуры концевого фрезерования низколегированной стали в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состояниях // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 61–69. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-6.

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее перспективных направлений современного материаловедения является исследование свойств объемных наноструктурированных металлических материалов с ультрамелкозернистой (УМЗ) структурой [1; 2]. Однако, несмотря на нарастающий интерес к таким материалам со стороны исследователей и инженеров, данных об обрабатываемости резанием материалов с УМЗ структурой недостаточно. Имеются данные о зависимости шероховатости поверхности от типа кристаллической структуры обрабатываемого материала при фрезеровании алюминиевого сплава В95 [3]. Из результатов исследования [3] следует, что при обработке сплава с УМЗ структурой качество поверхности получается выше по сравнению со сплавом с крупнозернистой (КЗ) структурой. Аналогичные исследования про-

ведены для точения нержавеющей стали 12X18H10T [4]. В работе также отмечается существенное снижение параметров шероховатости при обработке материала с УМЗ структурой. Из работы [5] следует, что микротвердость и микроструктура приповерхностного слоя заготовки после фрезерования отличаются для стали с крупным и мелким зерном. В работе [6], посвященной исследованию концевого фрезерования микроканалов в заготовке из УМЗ низкоуглеродистой стали, также отмечается снижение параметров шероховатости поверхности при обработке УМЗ материала.

В работе [7] предложен удобный и эффективный метод определения констант модели Джонсона – Кука для УМЗ титана. Полученные значения констант в дальнейшем использовались авторами для расчета сил резания при обработке УМЗ титана [8]. В работе [9] описан быстрый и точный алгоритм расчета температуры

при резании УМЗ титана, а также отмечено, что температура резания титанового сплава ВТ6 с УМЗ структурой существенно ниже, чем температура резания сплава с КЗ структурой. Авторы работы [10] отмечают увеличение силы резания при обработке УМЗ титанового сплава ВТ6, а также снижение размеров заусенцев по сравнению с КЗ титаном. В работе [11] на основании исследования параметров стружки и теплопроводности КЗ и УМЗ титана сделан вывод о потенциально возможном повышении обрабатываемости резанием и снижении износа режущего инструмента при переходе к структуре с мелким зерном.

В то же время отсутствуют данные о влиянии структуры стали и режимов обработки на температуру резания. Температура резания является важным фактором, который необходимо учитывать технологу при проектировании операций механической обработки материалов [12]. Температура резания оказывает влияние на стойкость режущего инструмента, шероховатость обработанной поверхности, размерную точность обработки и многие другие параметры процесса резания [13; 14]. Кроме того, температура резания может использоваться как один из основных диагностических сигналов наряду с силой резания [15; 16]. Отдельно стоит отметить использование температуры резания в качестве сигнала обратной связи при разработке систем автоматического управления процессом обработки [17; 18].

Цель работы – исследование влияния крупнозернистой и ультрамелкозернистой кристаллической структуры стали 09Г2С и режимов ее обработки на температуру резания при концевого фрезерования.

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исследуемого материала была выбрана малоуглеродистая низколегированная сталь 09Г2С, ГОСТ 19281-2014 (таблица 1).

Исследовали два образца размерами 40×15×10 мм каждый в одном из двух состояний: состоянии поставки

с КЗ структурой и после равноканального углового прессования (РКУП) по схеме «Конформ» (РКУП-К) с УМЗ структурой. Технология РКУП-К включала в себя: гомогенизирующий отжиг стали при 820 °С с последующей закалкой в воде + отпуск при 350 °С + холодное РКУП-К, 4 прохода по маршруту Вс + дополнительный отжиг при 350 °С с выдержкой 10 мин. Более подробно технология получения и свойства УМЗ стали представлены в [19; 20]. Механические свойства стали 09Г2С до и после РКУП-К приведены в таблице 2.

Эксперимент проводился на универсальном фрезерном станке PROMA FHV-50PD. Обработку заготовок осуществляли твердосплавной фрезой 12-12D-30C-75L-4F HRC55. В ходе обработки охлаждение не использовалось. Температура резания регистрировалась с помощью тепловизора Seek Thermal Compact XR. Характеристики тепловизора: температурный диапазон от -40 °С до +330 °С, угол обзора 20°, разрешение 412×312 пикселей, частота обновления кадров 9 Гц.

При создании модели с использованием ограниченного количества данных использован бутстреп (bootstrap) анализ. За счет создания множества случайных выборок с возвратом из исходной выборки создается тестовая статистика с нахождением доверительных интервалов. Бутстреп-анализ проводился для доверительного интервала 0,95 с количеством выборок 999, тип доверительных интервалов Вса (уточненный процентиль), метод выборки – выборка объектов. Все расчеты проводились в среде программирования R.

Для поиска наилучшей структуры математической модели температуры резания применялся метод автоматического перебора моделей с отбрасыванием незначимых параметров. Выбор регрессионной модели осуществлялся по методике ступенчатого перебора вперед/назад с оценкой эффективности модели по критерию АИС и отбрасыванием незначимых параметров. Информационный критерий Акаике (обычно называемый АИС) – это критерий выбора между статистическими

Таблица 1. Химический состав стали 09Г2С (мас. %)   
 Table 1. Chemical composition of the 09G2S steel (wt. %)

Сталь	Содержание элемента, мас. %									
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Al	Cu	Fe
09Г2С	0,09	0,64	1,26	0,007	<0,003	0,1	0,08	0,02	0,14	Остальное

Таблица 2. Средний размер зерна ( $d_{cp}$ ) и механические свойства стали 09Г2С в различных состояниях   
 Table 2. Average grain size ( $d_{cp}$ ) and mechanical properties of the 09G2S steel in different states

Состояние стали	Физико-механические свойства стали				
	$d_{cp}$ , мкм	НВ	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %
Исходное (КЗ состояние)	20,00	143	485±3	354±11	25±1,8
После РКУП-К (УМЗ состояние)	0,45	331	838±12	655±44	10±1,5

моделями. Информационный критерий учитывает соответствие модели данным с учетом количества параметров модели. При оценке предпочтение отдается модели с минимальным значением критерия.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты измерения температуры резания для стали 09Г2С с КЗ и УМЗ структурой приведены в таблицах 3, 4. Видно, что температура резания зависит как от режимов, так и от типа кристаллической структуры сплава.

На рис. 1 приведены графики распределения (box plot) температуры резания для стали 09Г2С в КЗ и УМЗ состояниях. На графиках можно видеть крайние значения (размах), выбросы, границы квартилей, медиану. График для стали в КЗ состоянии показывает распределение температуры резания с возможными выбросами для опытов № 3 и 5 (рис. 1 а). В случае стали в УМЗ состоянии выбросов не обнаружено (рис. 1 б). Из рис. 1 видно, что интерквартильный размах (высота прямоугольника) для УМЗ стали в 2 раза больше, а медиана существенно выше. Таким образом, температуры при обработке стали 09Г2С в УМЗ состоянии в целом выше, чем при обработке стали 09Г2С в КЗ состоянии.

На рис. 2, 3 приведены графики бутстреп-анализа. Бутстреп-анализ отображает оценку значимости параметров режимов обработки при вычислении температуры резания. Так, для стали в КЗ состоянии скорость вращения фрезы  $n$  и подача  $s$  незначимы, что видно из рис. 2 б, 2 с (абсцисса пикового значения графика находится возле нуля для  $n$  и  $s$ ). Поэтому для стали в КЗ состоянии значимым параметром модели является только глубина резания  $t$ . Для модели температуры резания стали в УМЗ состоянии значимы подача  $s$  (рис. 3 с), а также глубина резания в первой и второй степени (рис. 3 б, 3 д).

Модель зависимости температуры резания от режимов обработки для стали 09Г2С в КЗ состоянии представлена формулой

$$T = k + c \cdot t + d \cdot t^2,$$

где  $T$  – температура, °С;

$t$  – глубина резания, мм;

$k, c, d$  – настраиваемые параметры модели.

На рис. 4 приведена диаграмма параметров модели с остатками для КЗ стали. Графики отображают сходимость модели по всем параметрам. Это видно из близости значений с остатками (сплошная линия) и модельных значений (пунктирная линия).

Модель зависимости температуры резания от режимов обработки для стали 09Г2С в УМЗ состоянии представлена формулой

$$T = t + s + I \cdot t^2,$$

где  $I$  – параметр модели.

На рис. 5 приведена диаграмма параметров модели с остатками для УМЗ стали. Наблюдается высокая сходимость модели.

В ходе исследования влияния режимов обработки на температуру при концевом фрезеровании заготовок из стали 09Г2С в КЗ и УМЗ состояниях получены следующие

результаты: для стали в КЗ состоянии наибольшее влияние на температуру резания имеет глубина резания  $t$ , для стали в УМЗ состоянии – глубина резания  $t$  и подача  $s$ . В обоих случаях зависимость температуры от глубины резания описывается полиномом второй степени.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ экспериментальных данных показал различный характер зависимости температуры резания от режимов обработки для стали в КЗ и УМЗ состояниях. Вероятно, более высокую температуру при обработке стали в УМЗ состоянии можно объяснить повышенным уровнем физико-механических свойств данной стали. Этот результат противоположен полученному в работе [7] для температуры резания титана.

По-видимому, для полного ответа на вопрос о влиянии типа кристаллической структуры сплава на температуру резания необходимо учитывать комплекс физико-механических свойств материала. Так, для исследованной в данной работе стали 09Г2С характерен существенный рост механических свойств при измельчении зерна. Это наиболее заметно по росту прочности стали 09Г2С, которая при РКУП увеличивается в 1,7 раза (с 485 до 838 МПа), а также росту предела текучести стали в 1,85 раза (с 354 до 655 МПа). В то же время теплопроводность стали выше, чем титана. Следовательно, можно ожидать различный характер распределения температуры при резании стали и титана. Для процесса концевой фрезерования стали 09Г2С в КЗ и УМЗ состояниях характерно отсутствие влияния скорости резания на температуру в исследуемом диапазоне режимов обработки. Таким образом, при обработке фрезерованием данной группы материалов преобладающее влияние на температурный режим оказывает силовая составляющая, которая в первую очередь определяется глубиной резания. Дальнейшие исследования могут быть направлены на исследование температуры фрезерования стали с различными типами кристаллической структуры в более широком диапазоне скоростей резания. При этом для проведения экспериментов может понадобиться не только более скоростное станочное оборудование, но и тепловизор с более широким диапазоном измерения температуры, так как температура резания растет с ростом скорости резания.

Проведение исследований осложняется также тем, что в настоящее время заготовки из сплавов с УМЗ структурой для проведения экспериментов по обработке резанием изготавливаются в штучных количествах. Нехватка обрабатываемого материала сильно ограничивает спектр проводимых исследований. Поэтому можно ожидать, что в ближайшее время по-прежнему будет наблюдаться недостаток экспериментальных данных об обработке резанием сплавов с УМЗ структурой. Частично найти выход из ситуации помогает математическое моделирование результатов экспериментов при малом числе опытов. Статистические методы, аналогичные применявшемуся в данной работе бутстреп-анализу, позволяют выявить значимость факторов и сформулировать аналитические зависимости для параметров обработки исходя из сравнительно небольшой выборки опытных данных. Таким образом, предложенный в настоящем исследовании подход поможет в дальнейшем продолжать исследо-

вания обработки резанием сплавов с различными типами кристаллической структуры. Данные исследования будут

**Таблица 3.** Температура фрезерования стали 09Г2С в исходном состоянии  
**Table 3.** Milling temperature of the 09G2S steel in the initial state

№ опыта	Частота вращения шпинделя <i>n</i> , об/мин	Подача <i>s</i> , мм/мин	Глубина резания <i>t</i> , мм	Температура резания, <i>T</i> , °С
1	720	65	0,6	91,3
2	875	65	0,8	84,5
3	720	65	1,0	198,0
4	720	100	0,6	94,0
5	875	100	1,0	259,0*
6	720	470	0,6	90,0
7	720	470	1,0	130,3
8	875	470	0,8	126,3
9	875	185	0,6	115,5
10	720	65	0,8	110,3

*Примечание.* \*Возможно большее значение температуры, поскольку полученное значение близко к верхней границе диапазона измерения прибора (300 °С).

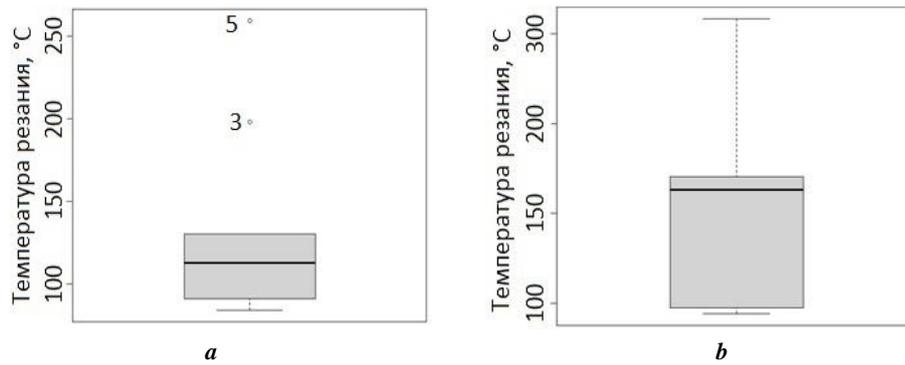
*Note.* \*A higher temperature value is possible, since the obtained value is close to the upper limit of the instrument measurement range (300 °C).

**Таблица 4.** Температура фрезерования стали 09Г2С после РКУП-К  
**Table 4.** Milling temperature of the 09G2S steel after ECAP-C

№ опыта	Частота вращения шпинделя <i>n</i> , об/мин	Подача <i>s</i> , мм/мин	Глубина резания <i>t</i> , мм	Температура резания, <i>T</i> , °С
1	720	65	0,6	95,5
2	875	65	0,8	97,3
3	720	65	1,0	163,0
4	720	100	0,6	94,3
5	875	100	0,8	109,5
6	875	100	1,0	195,3
7	720	185	0,6	168,8
8	875	185	0,8	170,3
9	875	185	1,0	258,3*

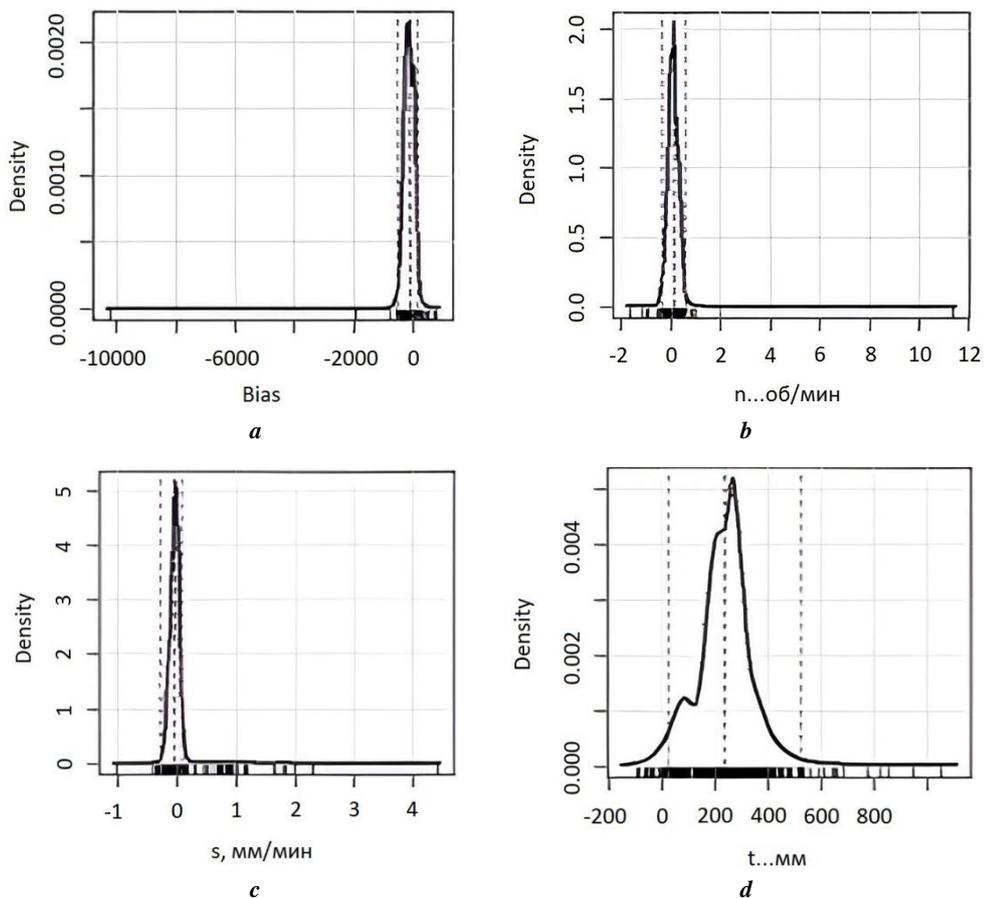
*Примечание.* \*Возможно большее значение температуры, поскольку полученное значение близко к верхней границе диапазона измерения прибора (300 °С).

*Note.* \*A higher temperature value is possible, since the obtained value is close to the upper limit of the instrument measurement range (300 °C).

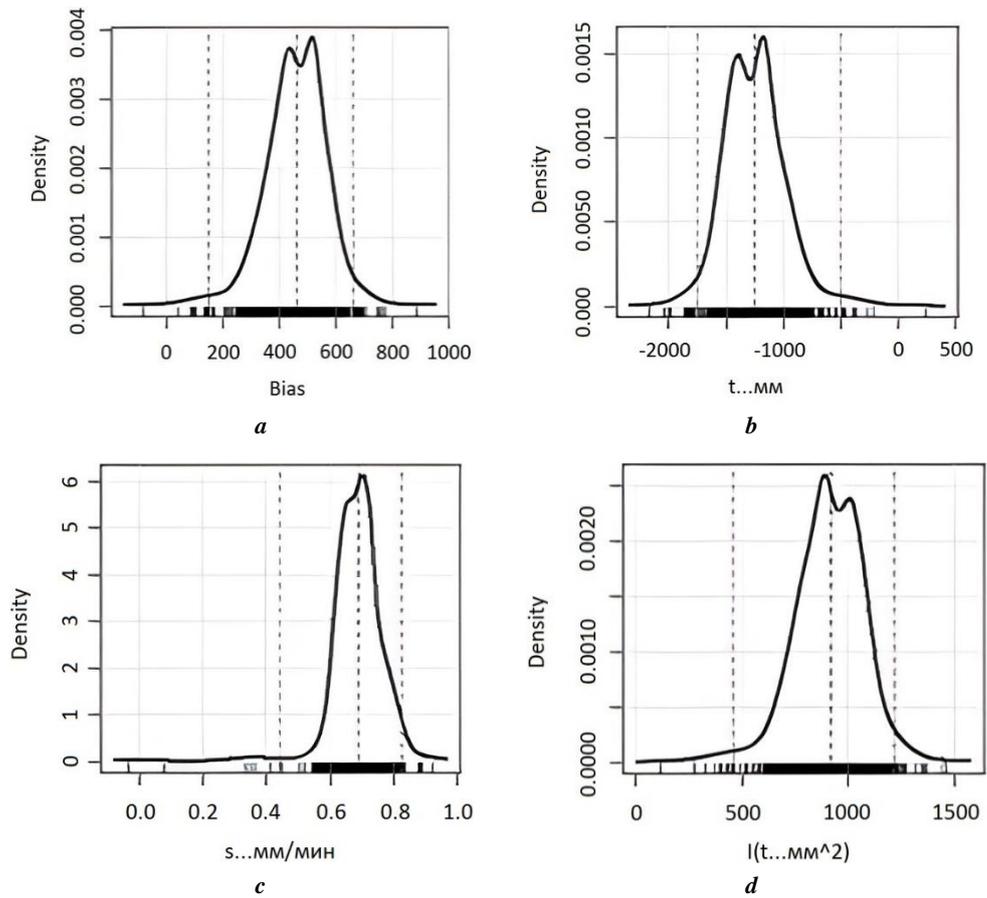


**Рис. 1.** Графики распределения температуры резания для стали 09Г2С в КЗ и УМЗ состояниях. Прямоугольник отображает границы нижнего и верхнего квартилей, чертой обозначена медиана: **a** – для КЗ состояния; **b** – для УМЗ состояния

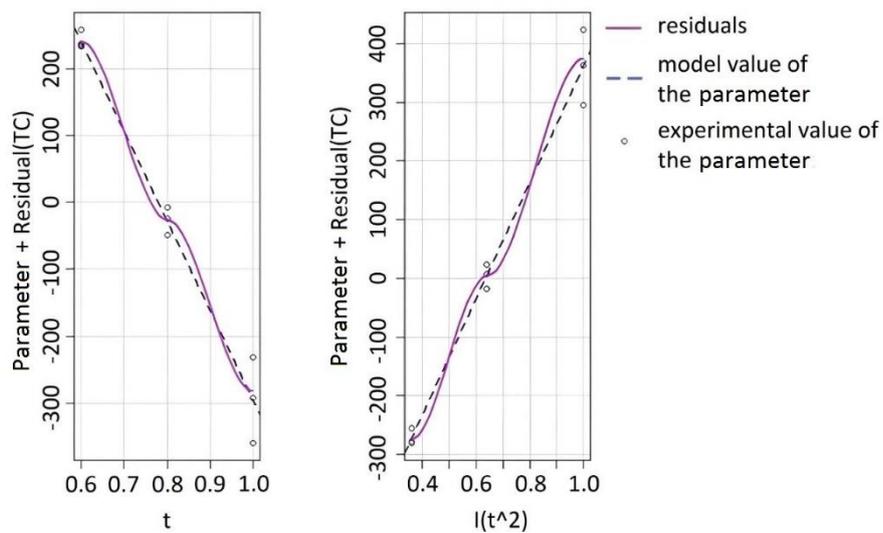
**Fig. 1.** Box plots for cutting temperature of the 09G2S steel in CG and UFG states. The rectangle shows the boundaries of the lower and upper quartiles, the median is indicated by a dash: **a** – for CG state; **b** – for UFG state



**Рис. 2.** Графики бутстреп-анализа для КЗ стали: **a** – смещение; **b** –  $n$ , об/мин; **c** –  $s$ , мм/мин; **d** –  $t$ , мм  
**Fig. 2.** Bootstrap-analysis graphs for CG steel: **a** – bias; **b** –  $n$ , rev/min; **c** –  $s$ , mm/min; **d** –  $t$ , mm



**Рис. 3.** Графики бутстреп-анализа для УМЗ стали:  
**a** – смещение; **b** –  $t$ , мм; **c** –  $s$ , мм/мин; **d** –  $I(t, \text{мм}^2)$   
**Fig. 3.** Bootstrap-analysis graphs for UFG steel:  
**a** – bias; **b** –  $t$ , mm; **c** –  $s$ , mm/min; **d** –  $I(t, \text{mm}^2)$



**Рис. 4.** Диаграмма параметров модели с остатками для КЗ стали  
**Fig. 4.** Diagram of the model parameters with residuals for CG steel

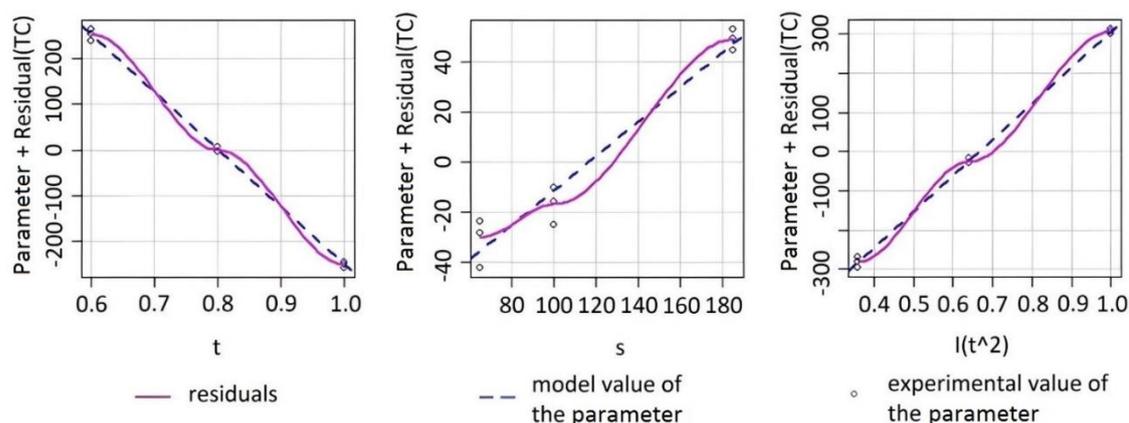


Рис. 5. Диаграмма параметров модели с остатками для УМЗ стали  
 Fig. 5. Diagram of the model parameters with residuals for UFG steel

необходимы для проектирования технологических процессов изготовления деталей из сплавов с ультрамелкозернистой кристаллической структурой.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Основным фактором, влияющим на температуру концевого фрезерования стали 09Г2С в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состояниях, является глубина резания. Для стали в ультрамелкозернистом состоянии значимым фактором для вычисления температуры резания, помимо глубины резания, является подача, а уровень ее температуры резания в целом выше, чем у стали в крупнозернистом состоянии.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Elias C.N., Meyers M.A., Valiev R.Z., Monteiro S.N. Ultra fine grained titanium for biomedical applications: an overview of performance // *Journal of Materials Research and Technology*. 2013. Vol. 2. № 4. P. 340–350. DOI: [10.1016/j.jmrt.2013.07.003](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2013.07.003).
- Lowe T.C., Valiev R.Z., Xiaochun Li, Ewing B.R. Commercialization of bulk nanostructured metals and alloys // *MRS Bulletin*. 2021. Vol. 46. P. 265–272. DOI: [10.1557/s43577-021-00060-0](https://doi.org/10.1557/s43577-021-00060-0).
- Филиппов А.В., Тарасов С.Ю., Подгорных О.А., Шамарин Н.Н., Воронцов А.В. Влияние равноканального углового прессования на качество поверхности алюминиевого сплава В95 после фрезерования // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2018. Т. 20. № 4. С. 96–106. DOI: [10.17212/1994-6309-2018-20.4-96-106](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2018-20.4-96-106).
- Шамарин Н.Н., Филиппов А.В., Тарасов С.Ю., Подгорных О.А., Утяганова В.Р. Влияние структурного состояния коррозионно-стойкой стали 12Х18Н10Т на качество поверхности после точения // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2020. Т. 22. № 1. С. 102–113. DOI: [10.17212/1994-6309-2020-22.1-102-113](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2020-22.1-102-113).
- Rodrigues A.R., Balancin O., Gallego J., de Assis C.L.F., Matsumoto H., de Oliveira F.B., da Silva Moreira S.R., da Silva Neto O.V. Surface Integrity Analysis when Milling Ultrafine-grained Steels // *Materials Research*. 2012. Vol. 15. № 1. P. 125–130. DOI: [10.1590/S1516-14392011005000094](https://doi.org/10.1590/S1516-14392011005000094).
- de Assis C.L.F., Jasinevicius R.G., Rodrigues A.R. Micro end-milling of channels using ultrafine-grained low-carbon steel // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2015. Vol. 77. P. 1155–1165. DOI: [10.1007/s00170-014-6503-2](https://doi.org/10.1007/s00170-014-6503-2).
- Ning Jinqiang, Nguyen Vinh, Huang Yong, Hartwig K.T., Liang S.Y. Inverse determination of Johnson–Cook model constants of ultra-fine-grained titanium based on chip formation model and iterative gradient search // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2018. Vol. 99. P. 1131–1140. DOI: [10.1007/s00170-018-2508-6](https://doi.org/10.1007/s00170-018-2508-6).
- Ning Jinqiang, Nguyen Vinh, Liang S.Y. Analytical modeling of machining forces of ultra-fine-grained titanium // *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2019. Vol. 101. P. 627–636. DOI: [10.1007/s00170-018-2889-6](https://doi.org/10.1007/s00170-018-2889-6).
- Ning Jinqiang, Nguyen Vinh, Huang Yong, Hartwig K.T., Liang S.Y. Constitutive modeling of ultra-fine-grained titanium flow stress for machining temperature prediction // *Bio-design and Manufacturing*. 2019. Vol. 2. P. 153–160. DOI: [10.1007/s42242-019-00044-9](https://doi.org/10.1007/s42242-019-00044-9).
- Расторгуев Д.А., Севастьянов А.А., Клевцов Г.В., Боков И.А., Дёма Р.Р., Амиров Р.Н., Латыпов О.Р. Исследование силы резания при торцовом фрезеровании крупнозернистого и ультрамелкозернистого титанового сплава ВТ6 // *Технология металлов*. 2021. № 7. С. 21–28. EDN: [DBJMWH](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2021-7.С.21-28).
- Lapovok R., Molotnikov A., Levin Y., Bandaranayake A., Estrin Y. Machining of coarse grained and ultra fine grained titanium // *Journal of Materials Science*. 2012. Vol. 47. P. 4589–4594. DOI: [10.1007/s10853-012-6320-7](https://doi.org/10.1007/s10853-012-6320-7).
- Storchak M., Kushner V., Möhling H.-C., Stehle T. Refinement of temperature determination in cutting zones //

- Journal of Mechanical Science and Technology. 2021. Vol. 35. P. 3659–3673. DOI: [10.1007/s12206-021-0736-4](https://doi.org/10.1007/s12206-021-0736-4).
13. Cheng Hu, Zhuang Kejia, Weng Jian, Zhang Xiaoming, Ding Han. Cutting temperature prediction in negative-rake-angle machining with chamfered insert based on a modified slip-line field model // *International Journal of Mechanical Sciences*. 2020. Vol. 167. Article number 105273. DOI: [10.1016/j.ijmecsci.2019.105273](https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2019.105273).
  14. Aliev M.M., Fomenko A.V., Fominov E.V., Shuchev K.G., Mironenko A.E. Influence of Wear-Resistant Coatings on Processes in the Contact Zone during Metal Cutting // *Russian Engineering Research*. 2023. Vol. 43. P. 1101–1105. DOI: [10.3103/S1068798X23090034](https://doi.org/10.3103/S1068798X23090034).
  15. Расторгуев Д.А., Севастьянов А.А. Разработка цифрового двойника процесса точения на основе машинного обучения // *Frontier Materials & Technologies*. 2021. № 1. С. 32–41. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-1-32-41](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-1-32-41).
  16. Григорьев С.Н. Диагностика автоматизированного производства. М.: Машиностроение, 2011. 600 с.
  17. Reka N.G., Kourov G.N., Lyutov A.G. Temperature Control Channel in the Metal-Cutting Zone of a Lathe // *Russian Engineering Research*. 2016. Vol. 36. № 2. P. 163–167. DOI: [10.3103/S1068798X16020192](https://doi.org/10.3103/S1068798X16020192).
  18. Kuznetsov A.P. Temperature Control of Metal-Cutting Machines // *Russian Engineering Research*. 2015. Vol. 35. P. 46–50. DOI: [10.3103/S1068798X15010165](https://doi.org/10.3103/S1068798X15010165).
  19. Merson E.D., Myagkikh P.N., Klevtsov G.V., Merson D.L., Vinogradov A. Effect of fracture mode on acoustic emission behavior in the hydrogen embrittled low-alloy steel // *Engineering Fracture Mechanics*. 2019. Vol. 210. P. 342–357. DOI: [10.1016/j.engfracmech.2018.05.026](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.05.026).
  20. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2014. 440 p. DOI: [10.1002/9781118742679](https://doi.org/10.1002/9781118742679).
- REFERENCES**
1. Elias C.N., Meyers M.A., Valiev R.Z., Monteiro S.N. Ultra fine grained titanium for biomedical applications: an overview of performance. *Journal of Materials Research and Technology*, 2013, vol. 2, no. 4, pp. 340–350. DOI: [10.1016/j.jmrt.2013.07.003](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2013.07.003).
  2. Lowe T.C., Valiev R.Z., Xiaochun Li, Ewing B.R. Commercialization of bulk nanostructured metals and alloys. *MRS Bulletin*, 2021, vol. 46, pp. 265–272. DOI: [10.1557/s43577-021-00060-0](https://doi.org/10.1557/s43577-021-00060-0).
  3. Filippov A.V., Tarasov S.Yu., Podgornykh O.A., Shamarin N.N., Vorontsov A.V. The Effect of Equal-Channel Angular Pressing on the Surface Quality of Aluminum Alloy 7075 after Milling. *Obrabotka metallov (Metal Working and Material Science)*, 2018, vol. 20, no. 4, pp. 96–106. DOI: [10.17212/1994-6309-2018-20.4-96-106](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2018-20.4-96-106).
  4. Shamarin N.N., Filippov A.V., Tarasov S.Yu., Podgornykh O.A., Utyaganova V.R. The Effect of the Structural State of AISI 321 Stainless Steel on Surface Quality During Turning. *Obrabotka metallov (Metal Working and Material Science)*, 2020, vol. 22, no. 1, pp. 102–113. DOI: [10.17212/1994-6309-2020-22.1-102-113](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2020-22.1-102-113).
  5. Rodrigues A.R., Balancin O., Gallego J., de Assis C.L.F., Matsumoto H., de Oliveira F.B., da Silva Moreira S.R., da Silva Neto O.V. Surface Integrity Analysis when Milling Ultrafine-grained Steels. *Materials Research*, 2012, vol. 15, no. 1, pp. 125–130. DOI: [10.1590/S1516-14392011005000094](https://doi.org/10.1590/S1516-14392011005000094).
  6. de Assis C.L.F., Jasinevicius R.G., Rodrigues A.R. Micro end-milling of channels using ultrafine-grained low-carbon steel. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2015, vol. 77, pp. 1155–1165. DOI: [10.1007/s00170-014-6503-2](https://doi.org/10.1007/s00170-014-6503-2).
  7. Ning Jinqiang, Nguyen Vinh, Huang Yong, Hartwig K.T., Liang S.Y. Inverse determination of Johnson–Cook model constants of ultra-fine-grained titanium based on chip formation model and iterative gradient search. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2018, vol. 99, pp. 1131–1140. DOI: [10.1007/s00170-018-2508-6](https://doi.org/10.1007/s00170-018-2508-6).
  8. Ning Jinqiang, Nguyen Vinh, Liang S.Y. Analytical modeling of machining forces of ultra-fine-grained titanium. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2019, vol. 101, pp. 627–636. DOI: [10.1007/s00170-018-2889-6](https://doi.org/10.1007/s00170-018-2889-6).
  9. Ning Jinqiang, Nguyen Vinh, Huang Yong, Hartwig K.T., Liang S.Y. Constitutive modeling of ultra-fine-grained titanium flow stress for machining temperature prediction. *Bio-design and Manufacturing*, 2019, vol. 2, pp. 153–160. DOI: [10.1007/s42242-019-00044-9](https://doi.org/10.1007/s42242-019-00044-9).
  10. Rastorguev D.A., Sevastyanov A.A., Klevtsov G.V., Bokov I.A., Dema R.R., Amirov R.N., Latypov O.R. Investigation of cutting force during face milling of coarse-grained and ultrafine-grained titanium alloys VT-6. *Russian metallurgy (Metally)*, 2022, vol. 2022, no. 13, pp. 1857–1863. DOI: [10.1134/s0036029522130316](https://doi.org/10.1134/s0036029522130316).
  11. Lapovok R., Molotnikov A., Levin Y., Bandaranayake A., Estrin Y. Machining of coarse grained and ultra fine grained titanium. *Journal of Materials Science*, 2012, vol. 47, pp. 4589–4594. DOI: [10.1007/s10853-012-6320-7](https://doi.org/10.1007/s10853-012-6320-7).
  12. Storchak M., Kushner V., Möhling H.-C., Stehle T. Refinement of temperature determination in cutting zones. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 2021, vol. 35, pp. 3659–3673. DOI: [10.1007/s12206-021-0736-4](https://doi.org/10.1007/s12206-021-0736-4).
  13. Cheng Hu, Zhuang Kejia, Weng Jian, Zhang Xiaoming, Ding Han. Cutting temperature prediction in negative-rake-angle machining with chamfered insert based on a modified slip-line field model. *International Journal of Mechanical Sciences*, 2020, vol. 167, article number 105273. DOI: [10.1016/j.ijmecsci.2019.105273](https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2019.105273).
  14. Aliev M.M., Fomenko A.V., Fominov E.V., Shuchev K.G., Mironenko A.E. Influence of Wear-Resistant Coatings on Processes in the Contact Zone during Metal Cutting. *Russian Engineering Research*, 2023, vol. 43, pp. 1101–1105. DOI: [10.3103/S1068798X23090034](https://doi.org/10.3103/S1068798X23090034).
  15. Rastorguev D.A., Sevastyanov A.A. Development of turning process digital twin based on machine learning. *Frontier Materials & Technologies*, 2021, no. 1, pp. 32–41. DOI: [10.18323/2073-5073-2021-1-32-41](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2021-1-32-41).
  16. Grigorev S.N. *Diagnostika avtomatizirovannogo proizvodstva* [Diagnostics of automated production]. Moscow, Mashinostroenie Publ., 2011. 600 p.

17. Reka N.G., Kourov G.N., Lyutov A.G. Temperature Control Channel in the Metal-Cutting Zone of a Lathe. *Russian Engineering Research*, 2016, vol. 36, no. 2, pp. 163–167. DOI: [10.3103/S1068798X16020192](https://doi.org/10.3103/S1068798X16020192).
18. Kuznetsov A.P. Temperature Control of Metal-Cutting Machines. *Russian Engineering Research*, 2015, vol. 35, pp. 46–50. DOI: [10.3103/S1068798X15010165](https://doi.org/10.3103/S1068798X15010165).
19. Merson E.D., Myagkikh P.N., Klevtsov G.V., Merson D.L., Vinogradov A. Effect of fracture mode on acoustic emission behavior in the hydrogen embrittled low-alloy steel. *Engineering Fracture Mechanics*, 2019, vol. 210, pp. 342–357. DOI: [10.1016/j.engfracmech.2018.05.026](https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2018.05.026).
20. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., Langdon T.G. *Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications*. Hoboken, John Wiley & Sons Publ., 2014. 440 p. DOI: [10.1002/9781118742679](https://doi.org/10.1002/9781118742679).

## The study of end milling temperature of low-alloy steel in coarse-grained and ultrafine-grained states

© 2024

*Dmitry A. Rastorguev*<sup>1</sup>, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair “Equipment and Technologies of Machine Building Production”

*Aleksandr A. Sevastyanov*<sup>\*2</sup>, postgraduate student

of Chair “Equipment and Technologies of Machine Building Production”

*Gennady V. Klevtsov*, Doctor of Sciences (Engineering),

professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science and Mechanics”

*Togliatti State University, Togliatti (Russia)*

\*E-mail: [alex-119977@yandex.ru](mailto:alex-119977@yandex.ru),  
[a.sevastyanov@tftsru.ru](mailto:a.sevastyanov@tftsru.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6298-1068>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7465-650X>

Received 05.07.2023

Accepted 29.01.2024

**Abstract:** The paper presents the results of the study of the end milling temperature of low-alloy steel depending on the cutting modes and the type of crystalline structure. The experiment was carried out on a PROMA FHV-50PD universal milling machine. The blanks were processed using a 12-12D-30C-75L-4F HRC55 carbide milling cutter. No cooling was used during processing. The obtained data were statistically analyzed to identify the dependence of the end milling temperature of low-alloy steel on the processing modes and the steel crystalline structure. When creating a mathematical model of cutting temperature, the authors carried out a bootstrap analysis to identify the significance of the parameters of the processing modes. The mathematical model was chosen using the Akaike informative criterion. It was found that mathematical models of the temperature dependence on processing modes for both types of crystalline structure include the cutting depth in the second power. At the same time, for steel in an ultrafine-grained state, both the cutting depth and the feed are statistically significant. It was not possible to detect the influence of cutting speed on temperature in the studied range of processing modes. Thus, when milling this group of materials, the force component primarily determined by the cutting depth exerts the predominant influence on the temperature regime. The level of cutting temperature when processing steel in an ultrafine-grained state is generally higher than when processing steel in a coarse-grained state, which should be associated with the increased physical and mechanical properties of steel with an ultrafine-grained crystalline structure.

**Keywords:** material cutting; coarse-grained (CG) and ultrafine-grained (UFG) structure; low-alloy steel; cutting temperature; end milling.

**Acknowledgments:** The authors thank Professor R.Z. Valiev, the Director of the Research Institute of Physics of Advanced Materials at Ufa University of Science and Technology (Ufa), for kindly provided materials for the study.

The work was financially supported by the Russian Science Foundation (project No. 20-69-47059, <https://rscf.ru/project/20-69-47059/>).

**For citation:** Rastorguev D.A., Sevastyanov A.A., Klevtsov G.V. The study of end milling temperature of low-alloy steel in coarse-grained and ultrafine-grained states. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 61–69. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-6.

**Издательство** (до 1 ноября 2011 года – редакционно-издательский центр) – структурное подразделение Тольяттинского государственного университета, занимающее важное место в обеспечении учебного процесса качественной учебной, учебно-методической и научной литературой.

### **Издательство ТГУ сегодня**

– Имеет в своем составе редакцию и печатный цех. За последние годы практически полностью обновлен парк компьютерной техники, печатного и постпечатного оборудования.

– Выпускает книги и электронные учебные пособия для студентов, аспирантов, преподавателей и специалистов практически по всем отраслям современного научного знания, а также научно-популярную, справочную, художественную литературу, сборники докладов (статей) конференций. Характер издаваемой литературы соответствует всем направлениям учебных циклов дисциплин университета.

– Значительный объем полиграфической работы – оперативное исполнение рекламно-информационной продукции.

– Коллектив издательства – творческий союз высококвалифицированных специалистов с большим стажем работы и молодых целеустремленных сотрудников.

– Сотрудники издательства принимают участие в практических семинарах с целью знакомства с новыми возможностями в области полиграфических технологий и оборудования, а также с современными материалами для цифровой печати.

### **Основные направления деятельности**

– Издание учебной и научной литературы на бумажном носителе, производство электронных учебных и научных пособий.

– Выполнение элементов редакционно-издательского цикла: редактирование, изготовление оригинал-макетов, тиражирование, предпечатная и постпечатная подготовка.

– Методическая и консультативная работа с подразделениями университета по вопросам выпуска учебных и научных изданий.

– Взаимодействие с Российской книжной палатой по вопросам присвоения ISBN изданиям, выпущенным ТГУ.

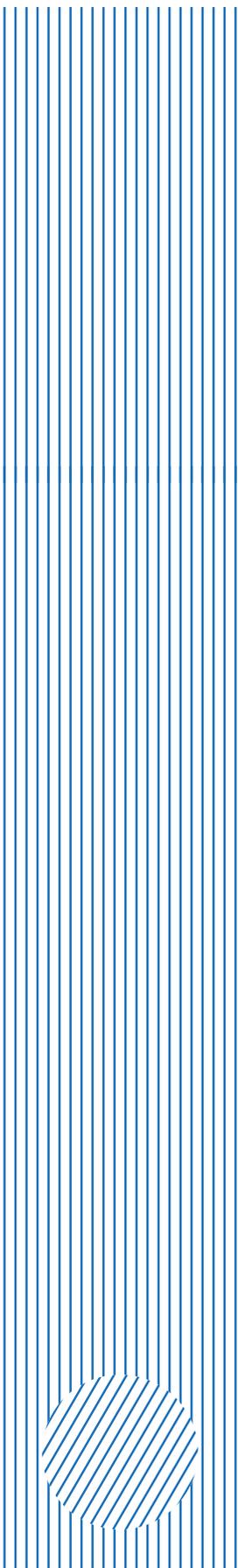
– Подготовка изданий, выпущенных ТГУ, к государственной регистрации и рассылка обязательных экземпляров.

– Разметка статей, публикуемых в журналах ТГУ, в программе Articulus для размещения на платформе eLibrary.

### **Основные достижения**

– Результаты деятельности отмечены дипломами победителей ежегодных межрегиональных и общероссийских конкурсов «Университетская книга».

– Регулярно является участником академической книжной выставки издательской деятельности «Университет – Наука – Город».



## О возможности локального измерения трещиностойкости конструкционных сталей с привязкой к структуре

© 2024

*Сергеев Максим Иванович\**, аспирант

*Погорелов Егор Васильевич<sup>1</sup>*, аспирант

*Дударев Артемий Александрович*, магистр

*Соколовская Элина Александровна<sup>2</sup>*, кандидат технических наук, доцент,

доцент кафедры металловедения и физики прочности

*Кудря Александр Викторович*, доктор технических наук, профессор,

профессор кафедры металловедения и физики прочности

*Университет науки и технологий МИСИС, Москва (Россия)*

\*E-mail: m1600219@edu.misis.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6768-5038>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9381-9223>

Поступила в редакцию 27.06.2023

Принята к публикации 04.03.2024

**Аннотация:** Масштаб неоднородности структур сталей и сплавов может быть достаточно велик в пределах как одного образца, так и изделия. Принятая на практике процедура определения интегральных значений характеристик трещиностойкости не всегда может отразить это обстоятельство. В этой связи необходимо развитие методов оценки трещиностойкости среды с неоднородной структурой. В работе трещиностойкость крупных поковок из улучшаемой стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) определяли на основе критического раскрытия трещины  $\delta_c$  и  $J$ -интеграла. Наличие критических этапов в развитии вязкой трещины при испытании оценивали по измерениям акустической эмиссии. В сочетании с полученными методами цифровой фрактографии 3D-изображениями изломов это позволило привязать форму и положение переднего фронта каждого скачка трещины к диаграмме «нагрузка – смещение». Измерение геометрии раскрытия трещины в процессе испытания показало возможность прямого определения коэффициента вращения берегов трещины при оценке  $\delta_c$ . В целом это позволило построить карту распределения значений параметра  $\delta_c$  по толщине образца и оценить масштаб разброса трещиностойкости в пределах одного образца – до 30 %. Такая локализация измерений, в первую очередь параметра  $\delta_c$ , сопоставима с масштабом неоднородности строения морфологии различных типов структур, который был оценен на основе измерения цифровых изображений дендритной структуры, серного отпечатка по Бауману, неметаллических включений на нетравленном шлифе, феррито-перлитной полосчатости в микроструктуре. Это дает возможность для привязки локальных значений трещиностойкости к различным механизмам разрушения и сопутствующим им структурным составляющим.

**Ключевые слова:** неоднородность структур; трещиностойкость; акустическая эмиссия; фрактография; прогноз качества в металлургии; критическое раскрытие трещины; интеграл Черепанова – Райса; нелинейная механика разрушения.

**Благодарности:** Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Сергеев М.И., Погорелов Е.В., Дударев А.А., Соколовская Э.А., Кудря А.В. О возможности локального измерения трещиностойкости конструкционных сталей с привязкой к структуре // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 71–81. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-7.

### ВВЕДЕНИЕ

Для производства материалов, в частности сталей, характерна технологическая наследственность – механизм эволюции структуры и дефектов, определяемый траекторией технологического процесса [1; 2]. В рамках поля допуска штатной технологии обычно наблюдается широкий спектр траекторий технологического процесса, реализация которых приводит к формированию разнообразных структур в материале, номинально одинаковых, но отличающихся геометрией своего строения [3; 4]. Это является причиной разброса свойств, в первую очередь вязкости (сопротивления материала распространению трещины), часто значительного [3; 5].

В рамках действующих стандартов ГОСТ 25.506-85, BS 7448-Part 1, ASTM E1290 предполагается определение силового критерия  $K_{Ic}$  в условиях плоской дефор-

мации, деформационного – критического раскрытия трещины  $\delta_c$  и энергетического –  $J$ -интеграла в условиях развитой пластической деформации и подрастающей трещины. Все они дают значения трещиностойкости при испытании образца с предварительно наведенной усталостной трещиной. Очевидно, что при наличии неоднородной структуры интегральное значение трещиностойкости – результат «сложения» величин трещиностойкости отдельных структурных составляющих, уровень которых определяется в том числе размерами, формой однотипных элементов структуры, их пространственной конфигурацией. В этой связи определение трещиностойкости должно предусматривать возможность привязки к структуре, неоднородности ее строения, например, как это было реализовано в рамках локальной оценки хладноломкости на образцах, габариты которых сопоставимы с масштабом отдельных

структурных составляющих [3]. Актуализация нормативных документов, относящихся к определению трещиностойкости на массивных образцах, фактически сохранила подходы к ее оценке, предложенные несколько десятилетий тому назад. Решение этой проблемы вплоть до последнего времени осложняли трудности, связанные с корректным описанием топографии изломов, в частности, его трудоемкостью, что делает их оценку качественной [6; 7], вследствие чего, например, невозможно объективное выделение в изломе положений переднего фронта растущей трещины в момент ее последовательных скачков. Понимание же этого необходимо для выявления закономерностей кинетики распространения вязкой трещины, в частности, в связи с необходимостью определения критических стадий ее развития [7; 8]. В какой мере рекомендуемое нормативными документами использование максимального значения нагрузки в ходе испытания в качестве критического соответствует действительности, не всегда ясно в связи с многообразием морфологии однотипных структур, определяющим различия в механизмах и, соответственно, кинетике распространения трещины [3; 6]. Применение с этой целью акустической эмиссии (АЭ) не всегда сопровождается сопоставлением с прямыми результатами измерения топографии изломов, что затрудняет трактовку полученных результатов [9; 10]. Очевидно, что развитие цифровых методов измерения структур и изломов может позволить продвинуться в этом направлении, однако пока остаются нерешенными вопросы, связанные с их метрологическим обеспечением, что осложняет оценку воспроизводимости и сопоставимости получаемых результатов [3; 11]. Однако последовательное развитие и применение методов цифровизации измерений при испытаниях на трещиностойкость должно обеспечить более глубокое понимание закономерностей раскрытия и распространения трещины, что позволит выработать уточненные подходы к определению вязкости разрушения, в том числе оценить возможность привязки результатов к неоднородности строения структуры. Это важно для выработки обоснованных технологических решений, направленных на повышение однородности качества металла [3; 5; 12].

Цель работы – уточнение методик определения критериев нелинейной механики разрушения на основе измерения геометрии и раскрытия трещины, оценка возможности привязки значений трещиностойкости к неоднородности строения структуры.

#### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве объектов исследования использовали металл крупных поковок из улучшаемых сталей типа 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) и 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V) с различной степенью сохранившейся литой структуры и листовую сталь 09Г2С (0,09%С–2%Mn–Si) (таблица 1), полученные по действующим промышленным технологиям.

Глубокое травление в 50%-м водном растворе HCl (в течение ~30 мин), 3%-м растворе HNO<sub>3</sub> (до 3–5 с) использовали для выявления дендритной структуры и микроструктуры соответственно, метод Баумана – для получения серного отпечатка.

Цифровые изображения (в 256 оттенках серого) микроструктур и неметаллических включений (НВ) на не-

травленном шлифе получены средствами световой микроскопии (класса Axio Observer D1m Carl Zeiss в диапазоне увеличений 50–1000 крат). Для перевода изображений макроструктур и серного отпечатка в цифровую форму использовались также цифровая камера AGFA 1280 с ПЗС-матрицей и сканер DUOSCAN T1200 при разрешении 500 точек/дюйм (негативы-пленки при увеличении  $\times 0,5$ , серный отпечаток в масштабе образца).

С целью проведения измерений геометрии строения структур и изломов их первичные цифровые 2D-изображения (в 256 оттенках серого) были переведены в матрицу вида «1-0» (черное – белое) на основе анализа поля яркости изображения. При неравномерности освещения в поле зрения ее устраняли вычитанием полинома оптимальной степени, шумы (неидентифицируемые однозначно мелкие объекты) удаляли фильтрацией (с учетом природы строения объекта, как правило,  $\leq 5-10$  мкм<sup>2</sup>) [11].

Оценка неоднородности размещения темных пятен серных отпечатков проводилась путем разбиения изображения на полиэдры Вороного – многоугольники, в каждом из которых все точки ближе к его центру, чем точки в соседних полиэдрах. В таком случае распределение расстояний между соседними полиэдрами будет объективно отражать размещение темных пятен серного отпечатка [3]. Различие результатов измерения оценивали на основе непараметрического критерия Смирнова [13].

Цифровые трехмерные изображения изломов были получены в масштабе образца с использованием комплекующего модуля к оптическому микроскопу «Оптофракт – 5М» (Россия), а также оптических узлов микроскопа МБС-9 (Россия) и цифровой системной фотокамеры Nikon J1, разрешение 10,1 Мпикс. Разрешающая способность метода составила 5–10 мкм по каждой из трех координат, общий анализируемый объем соответствовал площади излома в плане (с учетом измерений в третьем направлении) [15].

Создание цифровой трехмерной триангуляционной модели на основе полученных серий фотографий производилось с использованием программных пакетов OpenMVG, OpenMVS и специально разработанных служебных модулей на языках программирования C++ и Python. В результате программной реконструкции поверхности получали нетекстурированные триангуляционные модели в форматах Stanford PLY и Wavefront OBJ. Визуализация, редактирование (поверхности и облака точек) производились с использованием ПО MeshLab и CloudCompare, расчет основных характеристик 3D-рельефа – в ПО Gwyddion [1].

Испытания на вязкость разрушения проводились по схеме трехточечного изгиба в соответствии с ГОСТ 25.506-85 на испытательной машине Instron 150LX (США) с применением образцов прямоугольного сечения типа 4 (размерами 15×20×120 мм) с надрезом и предварительно выращенной усталостной трещиной при скорости нагружения не более 0,2 мм/мин, при комнатной температуре испытания.

Оценка силового ( $K_{Ic}$ ) и энергетического ( $J$ -интеграл) критериев трещиностойкости проводилась в соответствии с ГОСТ 25.506. Величина критического раскрытия трещины  $\delta_c$  также определялась исходя из концепции, предполагающей, что раскрытие трещины происходит путем вращения ее берегов вокруг некоторого центра (оси) [15, с. 86]:

$$\delta_c = V_c \frac{1}{1 + n \frac{l+z}{B-l}},$$

где  $V_c$  – смещение датчика при критической нагрузке;  
 $l$  – длина трещины;  
 $n$  – коэффициент вращения;  
 $z$  – расстояние от места установки датчика смещения до образца;  
 $B$  – высота образца.

Коэффициент  $n$  определяли экспериментально на основе нахождения положения центра вращения берегов трещины по высоте образца ( $L$ ) [14]:

$$n_{\text{эсп}} = \frac{B-l}{L-(l+z)}.$$

Кинетику скачкообразного распространения трещины изучали при помощи метода АЭ и количественного анализа изломов. При большом числе  $N \gg 1$  малых импульсов АЭ информативные сигналы эмиссии, отвечающие скачкам трещины, с привязкой к диаграмме «Изгибающая нагрузка ( $P$ ) – Смещение ( $V$ )» выделяли из кумулятивного распределения  $N(A)$  – суммарного числа импульсов  $N$  с амплитудой менее  $A$  [16].

Значения критического раскрытия трещины  $\delta_c$  и  $J$ -интеграла определяли для каждого из первых скачков трещины,  $\delta_c$  – также для отдельных точек переднего фронта трещины.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Наличие разномасштабных структур в материалах, от дендритных рисунков различной геометрии до микроструктуры различной морфологии, приводит к существенному разбросу свойств из-за влияния неоднородности структур на механизмы разрушения. Неоднородность структур на всех масштабных уровнях наблюдения присутствовала и в исследуемых нами сталях. Она наблюдалась как в пределах одного образца, так и от образца к образцу. Например, попарное сравнение выборок результатов измерения площадей НВ (не менее 2000 шт. на вариант) при 100-кратном увеличении на четырех равных по площади участках (не менее чем 80 мм<sup>2</sup> каждый) поверхности нетравленного шлифа (общей площадью ~340 мм<sup>2</sup>) из стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) на основе критерия Смирнова  $D$  выявило значимое их различие с риском 0,05 (при табличном значении  $D_{0,05}=1,36^1$ ) (таблица 2).

Различие в экспериментальных значениях критерия отражает различие в статистике распределения величин площадей НВ на исследуемых участках шлифа, которая, в свою очередь, является следствием неоднородности строения дендритной структуры поковки. Такая неоднородность геометрии включений может стать одной из причин разброса значений вязкости разрушения.

О существовании неоднородности НВ иного масштаба в тех же поковках, связанной с наличием в их структуре отдельных зон дендритной ликвации (рис. 1):

столбчатых дендритов, отражающих направление теплоотвода к поверхности поковки (периферийная зона), смеси равноосных мелких дендритов в промежуточной зоне и грубых равноосных в центральной, свидетельствует морфология серного отпечатка по Бауману (рис. 2 а).

Для развития вязкого разрушения важны не только размеры сульфидов, но и их размещение на поверхности шлифа: близкое их расположение друг к другу облегчает работу зарождения вязкого излома, увеличение их разреженности способствует развитию пластической деформации. Выделение на плоскости ближайших соседней было получено на основе разбиения изображения серного отпечатка на полиэдры Вороного (рис. 2 б, 2 с). Разбиение изображения на полиэдры Вороного показало, что средние значения расстояний между центрами полиэдров для различных зон ликвации (периферийной, промежуточной и центральной) были близки и составили 3,70±0,02; 3,70±0,01; 3,39±0,02 мм соответственно. О неоднородности размещения темных пятен серного отпечатка поковки стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) свидетельствует, в частности, распределение расстояний между их центрами для областей поковки, соответствующих различным зонам ликвации (периферийной, промежуточной и центральной), отражающим различия в морфологии дендритного рисунка (таблица 3).

При схожем виде распределения расстояний между пятнами в каждой из областей поковок, на что указывают величины коэффициентов асимметрии и эксцессов (таблица 4), наблюдаются различия между выборками, относящимися к результатам измерения расстояний между темными пятнами-соседями. Это может быть одной из причин разброса свойств по сечению поковки. Причиной такой неоднородности распределения сульфидов (темных пятен серного отпечатка), скорее всего, стала ликвация. Сопоставление выборок – результатов измерения шага дендритов, например, в центральной и промежуточной областях поковки по критерию Смирнова выявило их значимое различие ( $D_{\text{эсп}}=1,121 > D_{0,118}=1,19^2$ ). Шаг дендритов варьировался в пределах от 60 до 3820 мкм.

Дальние последствия ликвации нашли свое отражение и в микроструктуре стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) (смесь феррита и бейнита), в которой наблюдались крупные области феррита. Их поперечник варьировался в пределах от 95 до 386 мкм.

Наличие дендритной структуры в поковках из стали 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V) также способствовало формированию неравномерного размещения темных пятен серного отпечатка и появлению разноразмерности в структуре. Травление образцов, выбранных случайным образом, выявило в структуре зёрна аустенита, отличающиеся диапазоном размаха максимальных значений диаметров  $D$  ( $\Delta=D_{\text{max}}-D_{\text{min}}$ ): 250 и 90 мкм соответственно.

Неоднородность микроструктур характерна не только для сталей с сохранившейся литой структурой – дальнейшие ее последствия могут наблюдаться, например, в прокате. Результатом этого могут быть различия в масштабах полостчатости в микроструктуре по сечению ударного образца из листовой стали 09Г2С (0,09%С–2%Mn–Si) (рис. 3). Сравнение выборок результатов измерения шага

<sup>1</sup> Большев Л.Н., Смирнов Н.В. *Таблицы математической статистики*. М.: Наука, 1965. 464 с.

<sup>2</sup> См. 1.

Таблица 1. Химические составы исследуемых сталей  
Table 1. Chemical compositions of steels under study

Сталь	Массовая доля элементов, %									
	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	V	Cu
38ХН3МФА (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V)	0,41	0,22	0,22	0,02	0,02	0,87	3,32	0,58	0,14	0,03
09Г2С (0,09%С–2%Mn–Si)	0,12	1,3	0,5	0,04	0,04	0,3	0,3	–	–	0,3
15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V)	0,13	0,3	0,17	0,02	0,02	1,8	1,0	0,5	0,01	0,03

Таблица 2. Экспериментальные значения критерия Смирнова при сравнении результатов измерения площадей неметаллических включений на четырех равных по площади участках шлифа из стали 38ХН3МФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V)

Table 2. Experimental values of the Smirnov criterion when comparing the results of measuring non-metallic inclusions areas on four equal-area sections of 38KhN3MFA-Sh (0.38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) steel

Участок панорамы	1	2	3	4
1	–	5,57	2,52	1,85
2	5,57	–	7,18	4,39
3	2,52	7,18	–	3,28
4	1,85	4,39	3,28	–

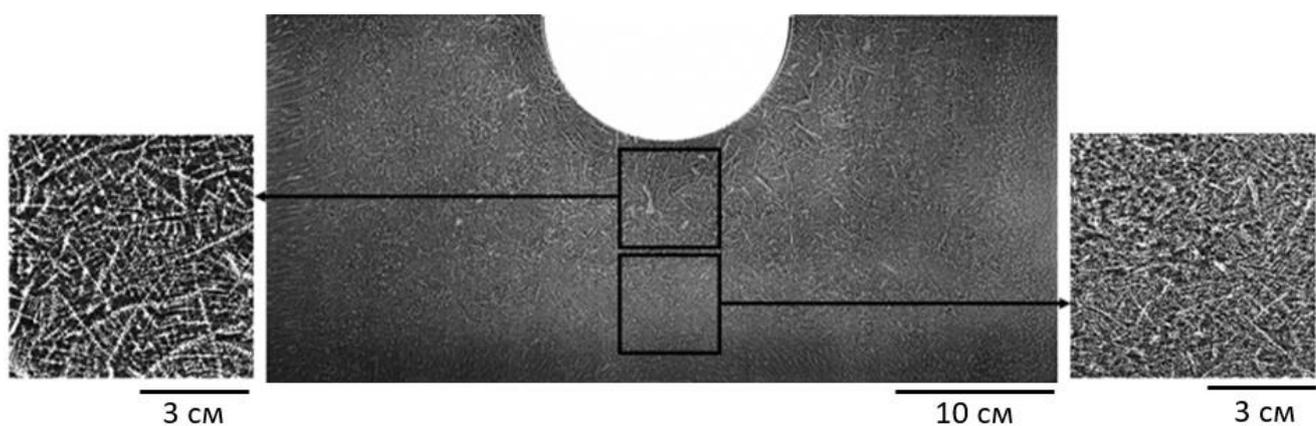
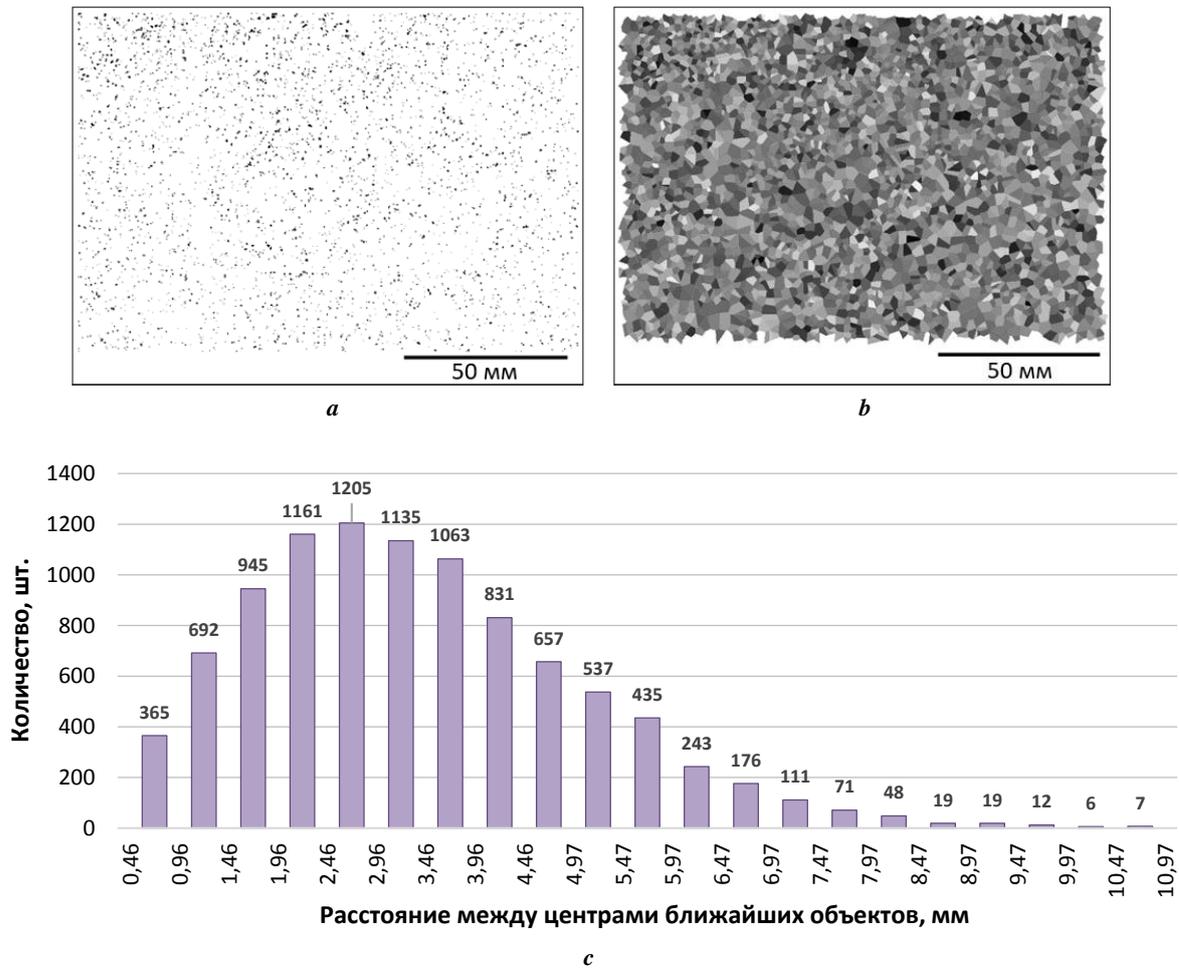


Рис. 1. Морфология дендритного рисунка поковки из стали 38ХН3МФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) и его строение в центральной и промежуточной областях поковки

Fig. 1. Morphology of the dendritic pattern of forging made of 38KhN3MFA-Sh (0.38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) steel and its structure in the central and intermediate regions of the forging



**Рис. 2.** Разбиение изображения серного отпечатка (а) на полиэдры Вороного (b) на примере центральной области поковки из улучшаемой стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) и распределение расстояний между центрами тяжести ближайших темных пятен (с)  
**Fig. 2.** Sulfur print image decomposition (a) into Voronoi polyhedra (b) using the example of the central region of a forging made of tempered 38KhN3MFA-Sh steel (0.38% C–Cr–3% Ni–Mo–V) and the distribution of distances between the centers of gravity of the nearest dark spots (c)

**Таблица 3.** Экспериментальные значения критерия Смирнова, полученные при сравнении распределений числа ближайших темных пятен-соседей и расстояний между их центрами, для различных фрагментов изображения серного отпечатка поковки из стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V)

**Table 3.** Experimental values of the Smirnov criterion obtained when comparing the distribution of the number of the nearest dark neighbor spots and the distances between their centers for different fragments of the sulfur print image of the forging made of 38KhN3MFA-Sh (0.38% C–Cr–3% Ni–Mo–V) steel

Исследуемая область поковки	Периферийная	Центральная	Промежуточная
Периферийная	–	$\frac{0,724}{7,361}$ (0,6) (0,05)	$\frac{0,629}{2,307}$ (0,8) (0,05)
Центральная	$\frac{0,724}{7,361}$ (0,6) (0,05)	–	$\frac{0,588}{9,356}$ (0,9) (0,05)
Промежуточная	$\frac{0,629}{2,307}$ (0,8) (0,05)	$\frac{0,588}{9,356}$ (0,9) (0,05)	–

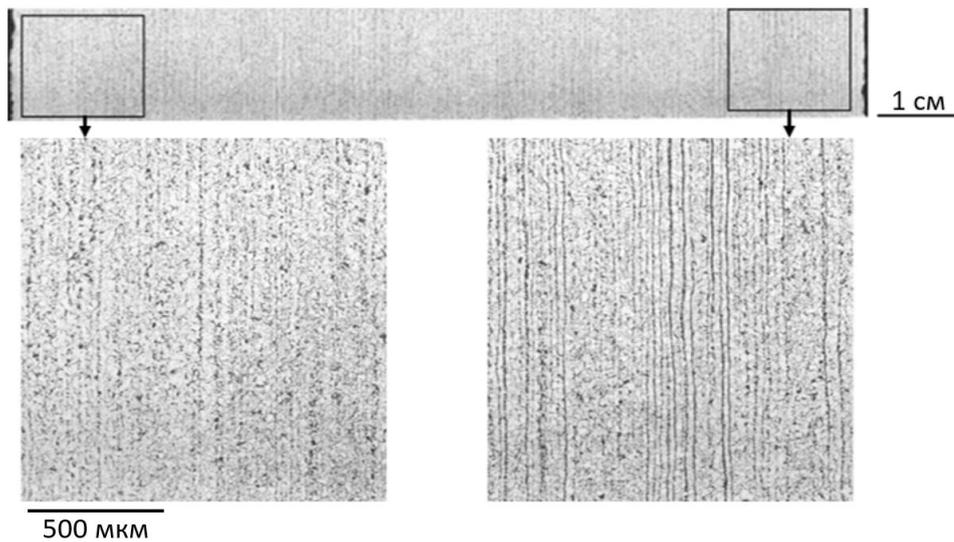
*Примечание.* В числителе и знаменателе указаны экспериментальные значения критерия Смирнова для распределения числа ближайших темных пятен серного отпечатка и расстояния между их центрами соответственно. В скобках указаны риски гипотезы об их отличии.

*Note.* The numerator and denominator indicate the experimental values of the Smirnov criterion for the distribution of the number of the nearest dark spots of the sulfur print and the distance between their centers, respectively. The risks of the hypothesis about their differences are indicated in parentheses.

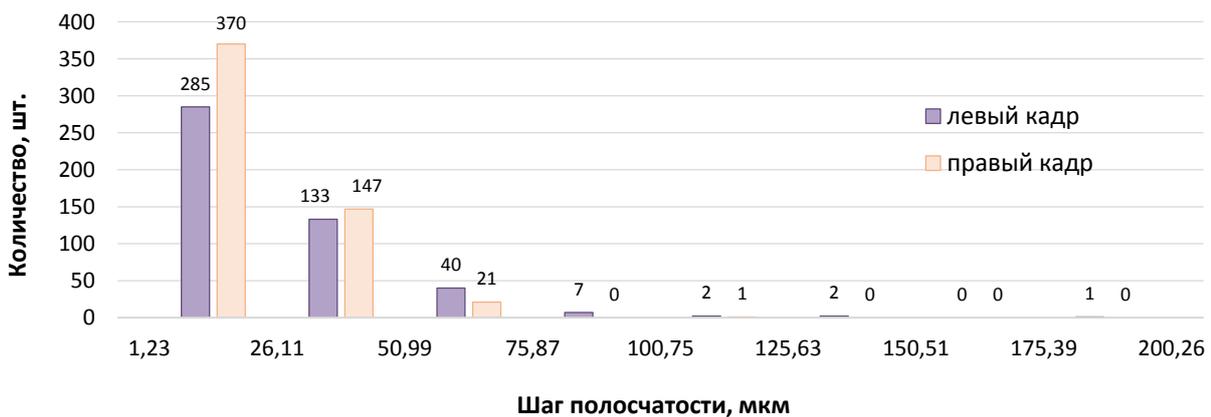
**Таблица 4.** Значения коэффициентов асимметрии и эксцесса распределений числа соседей ближайших темных пятен серного отпечатка и расстояний между ними в различных областях по сечению поковки из стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V)

**Table 4.** Values of the coefficients of skewness and kurtosis of the distributions of the number of neighbors of the nearest sulfur print dark spots and the distances between them in different areas along the cross-section of a forging made of 38KhN3MFA-Sh (0.38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) steel

Параметр	Коэффициент	Периферийная область	Центральная область	Промежуточная область
Число соседей	асимметрии	0,456	0,329	0,410
	эксцесса	0,167	–0,045	0,183
Расстояние между центрами ближайших темных пятен серного отпечатка	асимметрии	0,719	0,737	0,674
	эксцесса	0,421	0,518	0,379



*a*



*b*

**Рис. 3.** Наблюдаемое различие в масштабах полосчатости в микроструктуре по сечению ударного образца из листовой стали 09Г2С (0,09%С–2%Mn–Si) на панораме в целом и на отдельных ее участках (левом и правом) (*a*) и соответствующее им распределение значений шага полос перлита (*b*)

**Fig. 3.** The observed difference in the scale of banding in the microstructure along the cross-section of an impact sample made of sheet 09G2S (0.09%С–2%Mn–Si) steel in the panorama as a whole and in its different sections (left and right) (*a*) and the corresponding distribution of values of a pitch of perlite strips (*b*)

полос перлита на двух полях, вырезанных из панорамного изображения (по сечению ударного образца), по критерию Смирнова показало, что они отличаются с риском 0,05 ( $D_{\text{эсп}}=1,37 > D_{0,05}=1,36$ ).

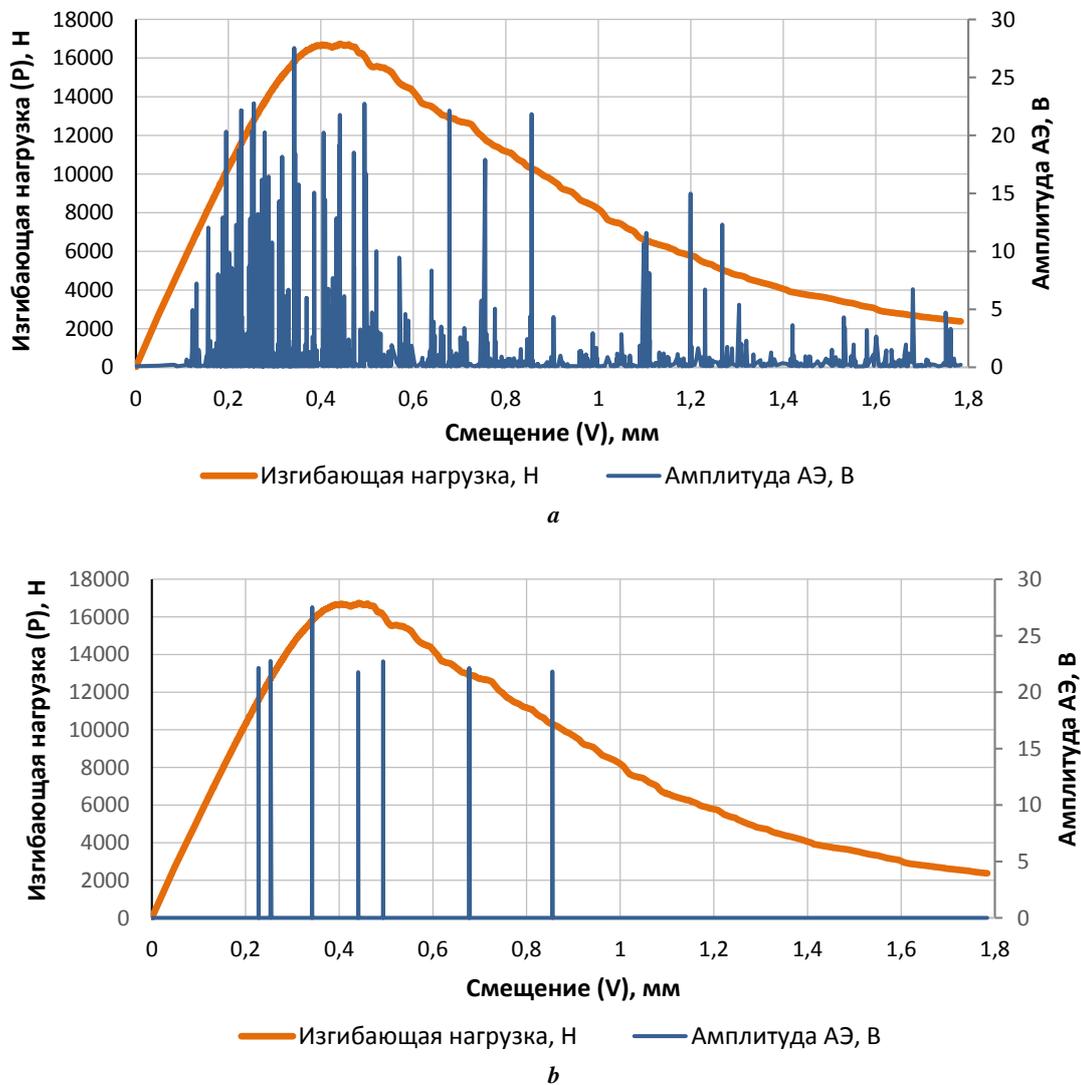
Таким образом, очевидно, что масштаб неоднородности разномасштабных структур может быть очень велик, это характерно для производства материалов, в первую очередь самых массовых – сталей. В этой связи становится актуальной оценка вязкости среды с неоднородной структурой, позволяющая определить влияние неоднородности на сопротивление разрушению.

При определении вязкости разрушения на основе  $J$ -интеграла и  $\delta_c$  оценивали кинетику распространения трещины с помощью АЭ, что позволило зафиксировать импульсы в процессе разрушения (рис. 4 а). Большая часть фиксируемых импульсов имела шумовую природу. Фильтрация сигналов АЭ позволила выделить сиг-

налы, отвечающие скачкам трещины (с привязкой к диаграмме “ $P - V$ ”, рис. 4 б).

Полученные результаты позволили выявить масштаб различий значений трещиностойкости (критического раскрытия трещины) как в пределах каждого образца, так и от поковки к поковке, в том числе с результатом расчета трещиностойкости по ГОСТ:  $\Delta^{\delta_c} = \delta_c^{\text{max}} - \delta_c^{\text{min}}$ ;  $\Delta_1^{\delta_c} = |\delta_c^{\text{ГОСТ}} - \delta_{c1}|$ ;  $\Delta_{\text{max}}^{\delta_c} = |\delta_c^{\text{ГОСТ}} - \delta_c^{\text{max}}|$ ;  $\Delta_{\text{min}}^{\delta_c} = |\delta_c^{\text{ГОСТ}} - \delta_c^{\text{min}}|$  (таблица 5).

Отличие значений  $\delta_c$ , рассчитанных в соответствии с ГОСТ в пределах одного образца по сравнению с величиной КРТ, определенной экспериментально ( $\delta_c^{\text{max}}$ ), варьировалось в пределах от 3 до 40 % для стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V), от 15 до 17 % для 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V); по сравнению с минимальным значением раскрытия  $\delta_c^{\text{min}}$  оно достигало 22 и 43 % соответственно.



**Рис. 4.** Диаграмма «нагрузка – смещение» и сигналы АЭ при разрушении образца из стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) до (а) и после (б) фильтрации  
**Fig. 4.** Loading – displacement diagram and AE signals during the destruction of a sample made of 38KhN3MFA-Sh (0.38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) steel before (a) and after (b) filtration

**Таблица 5.** Масштаб неоднородности значений  $\delta_c$  (мм) металла поковок с неоднородной структурой из стали 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) и 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V)  
**Table 5.** Scale of heterogeneity of  $\delta_c$  values (mm) of metal forgings with a heterogeneous structure made of 38KhN3MFA-Sh (0.38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) and 15Kh2NMFA (0.15%С–2%Cr–Ni–Mo–V) steels

Сталь	Номер образца	$\Delta_1^{\delta_c}$	$\delta_{c\max}$	$\delta_{c\min}$	$\Delta^{\delta_c}$	$\Delta_{\max}^{\delta_c}$	$\Delta_{\min}^{\delta_c}$
38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V)	1	0,005	0,108	0,079	0,029	0,031	0,002
	2	0,016	0,098	0,077	0,021	0,016	0,005
	3	0,031	0,121	0,091	0,030	0,031	0,001
	4	0,002	0,065	0,052	0,013	0,002	0,015
	5	0,007	0,093	0,068	0,025	0,007	0,018
15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V)	6	0,023	0,347	0,298	0,049	0,051	0,002
	7	0,089	0,228	0,152	0,076	0,040	0,116

**Таблица 6.** Масштаб неоднородности значений  $J$ -интеграла (МДж/м<sup>2</sup>) сталей 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) и 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V)  
**Table 6.** Scale of heterogeneity of  $J$ -интеграла values (MJ/m<sup>2</sup>) of 38KhN3MFA-Sh (0.38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) and 15Kh2NMFA (0.15%С–2%Cr–Ni–Mo–V) steels

Сталь	Номер образца	$J_{ГОСТ}$	$J_{\max}$	$J_{\min}$	$\Delta^J$	$\Delta_1^J$	$\Delta_{\max}^J$	$\Delta_{\min}^J$
38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V)	1	0,057	0,097	0,066	0,031	0,009	0,040	0,009
	2	0,099	0,081	0,047	0,034	0,044	0,018	0,052
	3	0,070	0,135	0,083	0,052	0,025	0,065	0,013
	4	0,062	0,102	0,079	0,023	0,026	0,040	0,017
	5	0,067	0,064	0,039	0,025	0,028	0,003	0,028
15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V)	6	0,298	0,587	0,336	0,251	0,038	0,289	0,038
	7	0,274	0,189	0,122	0,067	0,106	0,085	0,152

Были также определены значения  $J$ -интеграла для каждого из первых пяти скачков трещины с учетом ее подраста. Полученные результаты позволили выявить масштаб различий значений  $J$ -интеграла как в пределах каждого образца, так и от образца к образцу, в том числе с ГОСТ:  $\Delta^J = J^{\max} - J^{\min}$ ;  $\Delta_1^J = |J^{\text{ГОСТ}} - J_1|$ ;  $\Delta_{\max}^J = |J^{\text{ГОСТ}} - J^{\max}|$ ;  $\Delta_{\min}^J = |J^{\text{ГОСТ}} - J^{\min}|$  (таблица 6).

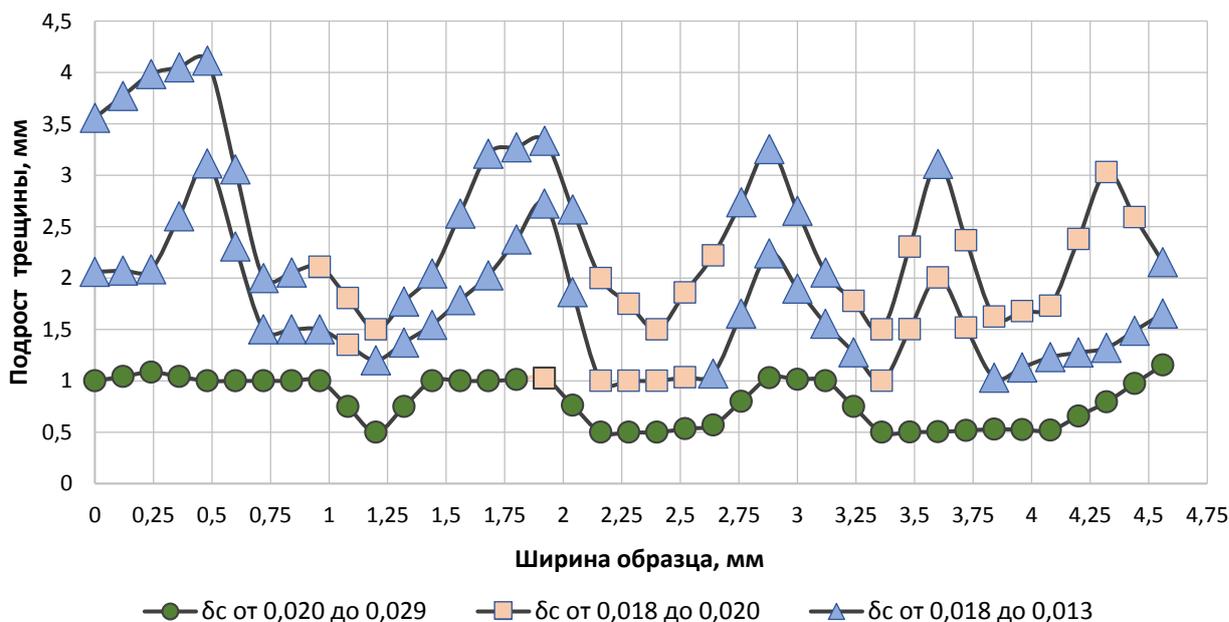
Для оценки неоднородности трещиностойкости по сечению образца была составлена карта распределения значений критического раскрытия трещины для второго – четвертого ее скачков (рис. 5) по контурам переднего фронта трещины. Первый скачок от усталостной трещины не учитывался, поскольку измерение рельефа излома проводилось только на стадии статического подраста трещины.

Таким образом, применение уточненной методики локальной оценки критического раскрытия трещины

позволило определить значения трещиностойкости  $\delta_c$  по сечению образца.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Наблюдаемое различие значений трещиностойкости в пределах одного образца и между образцами показало, что учет подраста трещины, включая восстановление формы ее переднего фронта (по измерениям АЭ и топографии изломов), обеспечивает получение более широкого спектра значений трещиностойкости, как критического раскрытия трещины  $\delta_c$ , так и интеграла Черепанова – Райса (по сравнению с ГОСТ 25.506). Это существенно, поскольку для крупных поковок из улучшаемых сталей 38ХНЗМФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) и 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V) было показано, что значения  $\delta_c$  в пределах одного образца



**Рис. 5.** Карта неоднородности распределения трещиностойкости (значений  $\delta_c$ ) по измерениям на дне макрохрупкого квадрата для второго – четвертого скачков вязкой трещины (первый скачок от усталостной трещины не учитывался), сталь 38ХН3МФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V)  
**Fig. 5.** Map of the heterogeneity of crack resistance distribution ( $\delta_c$  values) based on measurements at the bottom of a macrobrittle square for the second – fourth jumps of a ductile crack (the first jump from a fatigue crack was not taken into account), 38KhN3MFA-Sh (0.38%С–Cr–3%Ni–Mo–V)

различались от 25 до 37 % и от 16 до 50 % соответственно. При этом значения, определенные в соответствии с ГОСТ 25.506, различались от 3 до 34 % для стали 38ХН3МФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V) и от 8 до 33 % для стали 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V) по сравнению с величинами  $\delta_c$ , характерными для первого скачка статической трещины (по измерениям АЭ).

Величина  $J$ -интеграла дает интегральное значение работы разрушения для каждого скачка трещины. Показано, что значения  $J$ -интеграла в пределах одного образца различались от 29 до 72 % и от 55 до 75 % соответственно. Выявлено существенное отличие значений интеграла Черепанова – Райса, определенных в соответствии с ГОСТ 25.506, от величин  $J$ -интеграла, характерных для первого скачка статической трещины (по измерениям АЭ). Оно составило 16–44 % для стали 38ХН3МФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V), 13–39 % для стали 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V). Это означает, что использование максимальных значений нагрузки в качестве критических при определении вязкости разрушения не всегда правомерно.

Важно отметить, что у критического раскрытия трещины есть преимущество – возможность фактически точечного определения раскрытия трещины в пределах каждого из передних фронтов растущей трещины (с учетом их кривизны и изрезанной формы). Отсюда и возможность привязки значений  $\delta_c$  к тому или иному механизму разрушения, которое определяется типом структуры или особенностями ее локального строения. Это важно при установлении причин разброса вязкости, определении ее структурных и металлур-

гических факторов и позволит повысить объективность прогноза разрушения металла в целом. Выявление критических элементов структур необходимо также для управления качеством металлопродукции, в том числе в режиме реального времени, перехода от подбора структур под заданные свойства к конструированию структур оптимальной конфигурации [17; 18].

## ВЫВОДЫ

Прямыми измерениями изображений разнородных структур в крупных поковках из сталей 38ХН3МФА-Ш (0,38%С–Cr–3%Ni–Mo–V), 15Х2НМФА (0,15%С–2%Cr–Ni–Mo–V) и листе из стали 09Г2С (0,09%С–2%Mn–Si) оценена степень неоднородности их строения, масштаб которой однозначно должен учитываться при определении их трещиностойкости. Сопоставлены границы эффективного применения критериев нелинейной механики разрушения: деформационного – критического раскрытия трещины  $\delta_c$  и энергетического –  $J$ -интеграла. Показано, что при условии измерения геометрии и кинетики развития вязкой трещины при испытании на вязкость разрушения возможно расширение спектра значений характеристик трещиностойкости (для каждого скачка трещины на одном образце), что существенно для более полного описания запаса вязкости среды с неоднородной структурой. Установлено преимущество критического раскрытия трещины  $\delta_c$  при оценке конструкционных сталей с разномасштабной структурной неоднородностью – возможность привязки значений трещиностойкости к структуре.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Штремель М.А. Разрушение. В 2 кн. Кн. 1: Разрушение материала. М.: МИСиС, 2015. 975 с.
2. Штремель М.А. Разрушение. В 2 кн. Кн. 2: Разрушение структур. М.: МИСиС, 2015. 975 с.
3. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Танг В.Ф. Возможность прогноза разрушения металлических материалов с неоднородной структурой // Деформация и разрушение материалов. 2022. № 6. С. 2–19. EDN: [BSVQQW](#).
4. Казаков А.А., Киселев Д.В., Казакова Е.И. Количественные методы оценки микроструктуры стали и сплавов для пересмотра устаревших ГОСТ // Литье и металлургия. 2021. № 2. С. 42–48. DOI: [10.21122/1683-6065-2021-2-42-48](#).
5. Кудря А.В., Никулин С.А., Николаев Ю.А., Арсенкин А.М., Соколовская Э.А., Скородумов С.В., Чернобаева А.А., Кузько Е.И., Хорева Е.Г. Факторы неоднородности вязкости низколегированной стали 15X2HMФА // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2009. № 9. С. 23–28. EDN: [QCKREZ](#).
6. Tan Long, Li Songyang, Zhao Liangyin, Wang Lulu, Zhao Xiuxiu. The effect of mechanical inhomogeneity in microzones of welded joints on CTOD fracture toughness of nuclear thick-walled steel // Nuclear Engineering and Technology. 2023. Vol. 55. № 11. P. 4112–4119. DOI: [10.1016/j.net.2023.07.031](#).
7. Li Ai, Soltangharaei V., Greer B., Bayat M., Ziehl P. Structural health monitoring of stainless-steel nuclear fuel storage canister using acoustic emission // Developments in the Built Environment. 2024. Vol. 17. Article number 100294. DOI: [10.1016/j.dibe.2023.100294](#).
8. Xu Jie, Sun Tong, Xu Yantao, Han Qinghua. Fracture toughness research of G20Mn5QT cast steel based on the acoustic emission technique // Construction and Building Materials. 2020. Vol. 230. Article number 116904. DOI: [10.1016/j.conbuildmat.2019.116904](#).
9. Vorontsov V.B., Pershin V.K. Correlation between Acoustic Emission and the Local Structural Restructuring in the Nonequilibrium Aluminum Melt // Russian Metallurgy (Metally). 2020. Vol. 2020. № 2. P. 92–101. DOI: [10.1134/S0036029520020160](#).
10. Ботвина Л.Р., Тютин М.Р., Болотников А.И., Петерсен Т.Б. Влияние предварительного циклирования на характеристики акустической эмиссии конструкционной стали 15X2ГМФ // Металлы. 2021. № 1. С. 32–41. EDN: [KYXDHW](#).
11. Соколовская Э.А., Кудря А.В., Кодиров Д.Ф., Сергеев М.И., Буданова Е.С., Самошина М.Е. О достоверности результатов цифровых измерений изображений структур в металлведении // Металлург. 2024. № 1. С. 36–39. EDN: [DGYMXQ](#).
12. Махутов Н.А. Развитие лабораторных исследований и диагностики материалов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2022. Т. 88. № 1-1. С. 5–13. DOI: [10.26896/1028-6861-2022-88-1-1-5-13](#).
13. Nikitin Y. Asymptotic efficiency of nonparametric tests. New York: Cambridge University Press, 1995. 274 p.
14. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Нго Х.Н., Кузько Е.И., Котишевский Г.В. Прогноз разрушения крупных поковок с неоднородной структурой // Электрометаллургия. 2019. № 6. С. 33–39. EDN: [XLIBHK](#).
15. Новые методы оценки сопротивления металлов хрупкому разрушению / под ред. Ю.Н. Работнова. М.: Мир, 1972. 438 с.
16. Ханжин В.Г., Штремель М.А. Количественная информация о процессах разрушения, получаемая при измерениях акустической эмиссии // Металловедение и термическая обработка металлов. 2009. № 5. С. 53–59. EDN: [JTSNZB](#).
17. Shtremel M.A., Karabasova L.V., Chizhikov V.I., Vodenikov S.I. About optimal alloying of high-vanadium high-speed steel // Металловедение и термическая обработка металлов. 1999. № 4. С. 16–20. EDN: [MPCVSV](#).
18. Штремель М.Л., Беломытцев М.Ю., Медведев В.В., Мочалов Б.В., Чернуха Л.Г. Структура и свойства композиционных материалов на основе интерметаллида NiAl // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2006. № 1. С. 40–44. EDN: [HTDWRB](#).

## REFERENCES

1. Shtremel M.A. *Razrushenie. Razrushenie materiala* [Destruction. Rupture of material]. Moscow, MISiS Publ., 2015. Kn. 1, 975 p.
2. Shtremel M.A. *Razrushenie. Razrushenie struktur* [Destruction. Rupture of structures]. Moscow, MISiS Publ., 2015. Kn. 2, 975 p.
3. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Tang V.F. Possibility of predicting the destruction of metal materials with a heterogeneous structure. *Russian metallurgy (Metally)*, 2022, vol. 2022, no. 10, pp. 1318–1331. DOI: [10.1134/S0036029522100160](#).
4. Kazakov A.A., Kiselev D.V., Kazakova E.I. Quantitative methods for assessing the microstructure of steel and alloys for revising outdated GOST standards. *Lite i metallurgiya*, 2021, no. 2, pp. 42–48. DOI: [10.21122/1683-6065-2021-2-42-48](#).
5. Kudrya A.V., Nikulin S.A., Nikolaev Y.A., Arsenkin A.M., Sokolovskaya E.A., Skorodumov S.V., Chernobaeva A.A., Kuzko E.I., Khoreva E.G. Nonuniformity of the ductility of 15X2HMFA low-alloy steel. *Steel in Translation*, 2009, vol. 39, no. 9, pp. 742–747. EDN: [QCKREZ](#).
6. Tan Long, Li Songyang, Zhao Liangyin, Wang Lulu, Zhao Xiuxiu. The effect of mechanical inhomogeneity in microzones of welded joints on CTOD fracture toughness of nuclear thick-walled steel. *Nuclear Engineering and Technology*, 2023, vol. 55, no. 11, pp. 4112–4119. DOI: [10.1016/j.net.2023.07.031](#).
7. Li Ai, Soltangharaei V., Greer B., Bayat M., Ziehl P. Structural health monitoring of stainless-steel nuclear fuel storage canister using acoustic emission. *Developments in the Built Environment*, 2024, vol. 17, article number 100294. DOI: [10.1016/j.dibe.2023.100294](#).
8. Xu Jie, Sun Tong, Xu Yantao, Han Qinghua. Fracture toughness research of G20Mn5QT cast steel based on the acoustic emission technique. *Construction and Building Materials*, 2020, vol. 230, article number 116904. DOI: [10.1016/j.conbuildmat.2019.116904](#).
9. Vorontsov V.B., Pershin V.K. Correlation between Acoustic Emission and the Local Structural Restructuring in the Nonequilibrium Aluminum Melt. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2020, vol. 2020, no. 2, pp. 92–101. DOI: [10.1134/S0036029520020160](#).

10. Botvina L.R., Tyutin M.R., Bolotnikov A.I., Petersen T.B. effect of preliminary cycling on the acoustic emission characteristics of structural 15Kh2GMF steel. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2021, vol. 2021, no. 1, pp. 32–41. EDN: [INTJOA](#).
11. Sokolovskaya E.A., Kudrya A.V., Kodirov D.F., Sergeev M.I., Budanova E.S., Samoshina M.E. On the reliability of the results of digital measurements of images of structures in metal science. *Metallurg*, 2024, no. 1, pp. 36–39. EDN: [DGYMXQ](#).
12. Makhutov N.A. Evolution of laboratory researches and diagnostics of materials. *Zavodskaya laboratoriya. Diagnostika materialov*, 2022, vol. 88, no. 1-1, pp. 5–13. DOI: [10.26896/1028-6861-2022-88-1-I-5-13](#).
13. Nikitin Y. *Asymptotic efficiency of nonparametric tests*. New York, Cambridge University Press Publ., 1995. 274 p.
14. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Ngo Kh.N., Kuzko E.I., Kotishevskiy G.V. Fracture forecasting of large-size forged pieces with multi-scale structure. *Russian metallurgy (metally)*, 2019, vol. 12, no. 12, pp. 1304–1308. DOI: [10.1134/S0036029519120115](#).
15. Rabotnov Yu.N., ed. *Novye metody otsenki soprotivleniya metallov khrupkomu razrusheniyu* [New methods for assessing the resistance of metals to brittle fracture]. Moscow, Mir Publ., 1972. 438 p.
16. Khanzhin V.G., Shtremel M.A. Quantitative information on fracture processes obtained by measurement of acoustic emission. *Metal Science and Heat Treatment*, 2009, vol. 51, no. 5-6, pp. 250–255. DOI: [10.1007/s11041-009-9146-4](#).
17. Shtremel M.A., Karabasova L.V., Chizhikov V.I., Vodeniktov S.I. About optimal alloying of high-vanadium high-speed steel. *Metal Science and Heat Treatment*, 1999, vol. 41, no. 3-4, pp. 146–150. DOI: [10.1007/bf02465798](#).
18. Shtremel M.L., Belomyttsev M.Yu., Medvedev V.V., Mochalov B.V., Chernukha L.G. The structure and features of composite materials having web structure on the base of NiAl intermetallide. *Izvestiya. Ferrous metallurgy*, 2006, no. 1, pp. 40–44. EDN: [HTDWRB](#).

## On the possibility of local measurement of crack resistance of structural steels taking into account the structure

© 2024

*Maxim I. Sergeyev*<sup>\*</sup>, postgraduate student*Egor V. Pogorelov*<sup>1</sup>, postgraduate student*Artemiy A. Dudarev*, graduate student*Elina A. Sokolovskaya*<sup>2</sup>, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair of Metal Science and Physics of Strength*Aleksandr V. Kudrya*, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, professor of Chair of Materials Science and Strength Physics*University of Science and Technology MISIS, Moscow (Russia)*<sup>\*</sup>E-mail: [m1600219@edu.misis.ru](mailto:m1600219@edu.misis.ru)<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6768-5038><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9381-9223>

Received 27.06.2023

Accepted 04.03.2024

**Abstract:** The scale of heterogeneity of the structures of steels and alloys can be rather large both within one sample and within a product. The procedure adopted in practice for determining the integral values of crack resistance characteristics cannot always reflect this circumstance. In this regard, it is necessary to develop methods for assessing the crack resistance of a medium with a heterogeneous structure. In this work, the authors determined the crack resistance of large forgings made of heat-hardenable 38KhN3MFA-Sh steel (0.38% C–Cr–3% Ni–Mo–V) based on the critical crack opening  $\delta_c$  and the  $J$ -integral. The presence of critical stages in the development of a ductile crack during testing was assessed by acoustic emission measurements. In combination with the obtained methods of digital fractography of 3D images of fractures, this allowed relating the shape and position of the leading edge of each crack jump to the load-displacement diagram. Measuring the crack opening geometry during the test showed the possibility of determining directly the coefficient of crack face rotation when estimating  $\delta_c$ . In general, this allowed constructing a map of the distribution of parameter  $\delta_c$  values over the thickness of the sample and estimating the scale of the scatter in crack resistance within one sample – up to 30 %. Such a localization of measurements, primarily of the  $\delta_c$  parameter, is comparable to the scale of heterogeneity in the morphology of various types of structures, which was assessed based on the measurement of digital images of the dendritic structure, the Bauman sulfur print, non-metallic inclusions on an unetched section, and ferrite-pearlite banding in the microstructure. This makes it possible to link local crack resistance values to various fracture mechanisms and their accompanying structural components.

**Keywords:** heterogeneity of structures; crack resistance; acoustic emission; fractography; quality prediction in metallurgy; critical crack opening; Cherepanov–Rice integral; nonlinear fracture mechanics.

**Acknowledgments:** The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Sergeyev M.I., Pogorelov E.V., Dudarev A.A., Sokolovskaya E.A., Kudrya A.V. On the possibility of local measurement of crack resistance of structural steels taking into account the structure. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 71–81. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-7](#).



## ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ К ПУБЛИКАЦИЯМ ДЛЯ АВТОРОВ

В журнале публикуются две версии статьи: на русском и английском языках. Представляемый редакции материал не должен быть опубликован в других печатных изданиях или передан в другие редакции. Все поступившие статьи проходят проверку в системе «Антиплагиат».

Для публикации авторам необходимо подать заявку в редакцию, отправив материалы на электронную почту журнала [vektornaukitgu@yandex.ru](mailto:vektornaukitgu@yandex.ru) либо загрузив их в личном кабинете на сайте <https://www.vektornaukitech.ru>.

### Обязательные структурные элементы рукописи:

- УДК;
- название научной статьи;
- знак копирайта и год;
- информация об авторах: Ф. И. О., ученая степень, ученое звание, должность; организация, город, страна; e-mail автора, отвечающего за переписку с редакцией; ORCID;
- аннотация (200–250 слов) – краткое изложение концепции статьи с целью заинтересовать потенциального читателя;
- ключевые слова (критерий их выбора – потенциальная ценность для выражения содержания документа или для его поиска);
- благодарности (людям, финансирующим организациям);
- текст статьи, структурированный в соответствии с правилами;
- список литературы (не менее 20 источников).

### Структура статьи

Структура статьи должна соответствовать стандарту оформления научных работ IMRAD (Introduction, Methods, Results and Discussion), принятому мировым сообществом ученых:

- ВВЕДЕНИЕ
- МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
- РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ
- ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ
- ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

### Оформление таблиц и рисунков

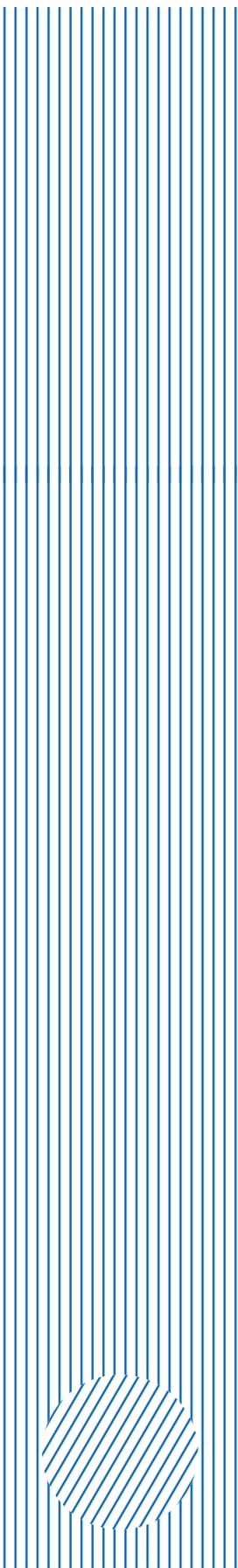
Рисунки и таблицы не должны выходить за пределы формата страницы. Альбомная ориентация страницы не допускается. Обязательно наличие подрисунковых подписей и названий таблиц. Если в тексте приводятся заимствованные рисунки, схемы, таблицы, необходимо указывать, откуда они были взяты.

### Набор формул

Формулы оформляются с помощью редактора формул Microsoft Equation 3.0. Длина формул не должна превышать 80 мм. Размер формулы должен быть 100 %. Не допускается преобразование формулы в формат рисунка.

### Оформление списка литературы и библиографических ссылок

Список литературы составляется в порядке расположения ссылок в статье. Не должно быть источников, не упоминающихся в тексте статьи. Не принято ссылаться на учебники и учебные пособия, кроме культовых в своей области, на диссертации и авторефераты диссертаций. Не менее трети источников должны быть изданы в последние 3–5 лет. Допустимы ссылки только на печатные издания (за исключением электронных журналов). Ссылки на интернет-сайты недопустимы. Самоцитирование не должно составлять более 20 % списка. Если цитируемый источник имеет DOI, то DOI приводится в конце библиографического описания этого источника. Все DOI должны быть рабочими ссылками.



## Влияние добавок карбида и бориды вольфрама на структуру и микротвердость эквиаомного CrFeNi-покрытия, сформированного короткоимпульсной лазерной наплавкой

© 2024

*Степченков Александр Константинович*<sup>\*1,4</sup>, младший научный сотрудник  
*Макаров Алексей Викторович*<sup>1,5</sup>, доктор технических наук, член-корреспондент РАН,  
заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств  
*Волкова Елена Георгиевна*<sup>1,6</sup>, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник  
*Эстемирова Светлана Хусаиновна*<sup>2,7</sup>, кандидат химических наук, старший научный сотрудник  
*Харанжевский Евгений Викторович*<sup>3,8</sup>, доктор технических наук, профессор,  
заведующий лабораторией физики и химии материалов

<sup>1</sup>Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, Екатеринбург (Россия)

<sup>2</sup>Институт металлургии Уральского отделения РАН, Екатеринбург (Россия)

<sup>3</sup>Удмуртский государственный университет, Ижевск (Россия)

\*E-mail: stepchenkov@imp.uran.ru,  
alexander.stepchenkov@gmail.com

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9431-0170>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2228-0643>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4958-3027>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7039-1420>

<sup>8</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1525-2169>

Поступила в редакцию 27.06.2023

Принята к публикации 30.01.2024

**Аннотация:** Покрытие на основе однофазного среднеэнтропийного сплава CrFeNi с гранецентрированной кубической (ГЦК) структурой обладает хорошей пластичностью, относительно высокими антикоррозионными свойствами, низкой стоимостью, но недостаточной прочностью для его широкого применения. Предполагается, что добавление упрочняющих частиц в виде карбидов и боридов вольфрама в эквиаомное CrFeNi-покрытие приведет к повышению его механических свойств. В работе изучено влияние добавок карбида и бориды вольфрама на структуру и микротвердость эквиаомного CrFeNi-покрытия. Формирование покрытий осуществлялось путем послойного короткоимпульсного лазерного оплавления предварительно нанесенного порошка на многофункциональной лазерной установке, оснащенной твердотельным лазером с ламповой накачкой на основе кристалла Nd:YAG. Изменение фазового состава при добавлении упрочняющих частиц выявлялось с помощью методов рентгеновского дифракционного анализа и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Оба метода подтвердили выделение в наплавленных покрытиях карбида хрома Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. Фотографии, полученные при помощи ПЭМ, указывают на то, что выделяемая фаза распределена по границам зерен  $\gamma$ -твердого раствора. Установлено, что добавление 6 мас. % WC и 3 мас. % WB повышает уровень микротвердости CrFeNi-покрытия на 26 % (с 340±6 до 430±12 HV 0,025) вследствие наличия в структуре частиц Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, WC и возможных микроискажений кристаллической решетки  $\gamma$ -фазы в результате легирования атомами вольфрама, высвободившимися при растворении боридов и карбидов вольфрама в процессе высокотемпературного короткоимпульсного лазерного нагрева.

**Ключевые слова:** CrFeNi-покрытие; среднеэнтропийные сплавы; карбиды/бориды вольфрама; короткоимпульсная лазерная наплавка; эквиаомные покрытия; микротвердость.

**Благодарности:** Работа выполнена в рамках государственного задания ИФМ УрО РАН по теме «Структура» № 122021000033-2. Исследования проводились с использованием оборудования отделов электронной микроскопии и механических испытаний ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН.

А.К. Степченков благодарит Институт физики металлов имени М.Н. Михеева за поддержку работы по государственному заданию ИФМ УрО РАН по теме «Структура» № 122021000033-2, которая выполнялась в рамках молодежного проекта ИФМ УрО РАН № 22-13/мол.

Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Степченков А.К., Макаров А.В., Волкова Е.Г., Эстемирова С.Х., Харанжевский Е.В. Влияние добавок карбида и бориды вольфрама на структуру и микротвердость эквиаомного CrFeNi-покрытия, сформированного короткоимпульсной лазерной наплавкой // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 83–94. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-8.

### ВВЕДЕНИЕ

Одно из наиболее стремительно развивающихся направлений современного материаловедения связано с раз-

работкой нового класса материалов – высокоэнтропийных сплавов (ВЭС). Данные сплавы, появившееся относительно недавно – в 2004 году, обычно содержат не менее 5 элементов, причем количество каждого из них не

должно быть меньше 5 ат. % [1; 2]. Из-за существенных различий в процессах структуро- и фазообразования ВЭС выделены в отдельную группу материалов, обладающих отличными от традиционных сплавов (основной элемент в качестве матрицы и набор легирующих элементов) механическими и функциональными свойствами, а также термической стабильностью. Вследствие этого ВЭС могут обладать уникальными прочностными, трибологическими и коррозионными свойствами в широком интервале температур [3–5].

Среднеэнтропийные сплавы (СЭС) состоят из трех или более основных элементов с примерно равным атомным процентным содержанием, а их конфигурационная энтропия находится в диапазоне  $1-1,5R$  ( $R$  – универсальная газовая постоянная) [6]. Из-за высокой энтропии смешения, связанной с неупорядоченным раствором нескольких элементов, как СЭС, так и ВЭС могут образовывать устойчивые однофазные твердые растворы, в которых в идеальной ситуации однородно распределены атомы разных размеров.

Агрессивному внешнему воздействию, которое выражается в высоких тепловых и механических нагрузках, подвержена большая часть промышленного оборудования. Для обеспечения долговременной работоспособности и стабильности этого оборудования требуется функциональный поверхностный слой (покрытие) с высокими механическими, антикоррозионными и другими свойствами. Именно в поверхностных слоях развиваются процессы износа, коррозии, кавитационного разрушения и зарождения усталостных трещин, которые являются главными причинами выхода из строя подавляющего числа деталей и механизмов. Поэтому использование дорогостоящих ВЭС и СЭС в виде тонких лазерных покрытий, а не в виде цельно изготовленной детали даст существенный экономический эффект за счет экономии материала [7].

При этом технология лазерной наплавки с помощью короткоимпульсного излучения имеет ряд существенных преимуществ. К ним можно отнести возможность получения однородного и плотного слоя материала покрытия заданной толщины с хорошей металлургической связью с материалом подложки [8], а также возможность формирования неравновесных микроструктур с уникальными физическими и механическими свойствами [9]. Благодаря высоким значениям плотности энергии минимизируется тепловое воздействие на подложку [9; 10]. Непрерывное развитие лазерных технологий делает их привлекательными для использования за счет относительной простоты эксплуатации, низкой стоимости и высокой эффективности обработки.

Система компонентов Cr–Fe–Ni является основой для большого числа СЭС и ВЭС. В совокупности данные компоненты образуют среднеэнтропийный эквивалентный сплав, обладающий относительно высокими антикоррозионными, механическими и износостойкими свойствами, а также низкой стоимостью по сравнению с другими многокомпонентными сплавами.

Как правило, однофазные ВЭС и СЭС с границированной кубической (ГЦК) структурой обладают хорошей пластичностью, но низкой прочностью [11]. Поэтому актуальным направлением для дальнейших исследований является разработка способов улучшения механических свойств данных сплавов. Прочность мно-

гокомпонентных сплавов можно увеличить за счет твердорастворного упрочнения путем добавления элементов с большим атомным радиусом. Выделение второй фазы в ГЦК-матрице также может улучшить механические свойства сплава [12].

С целью повышения твердости традиционных сплавов используются добавки различных упрочняющих частиц – карбиды, бориды и др. Карбид вольфрама WC хорошо известен своей высокой твердостью, высокой химической стабильностью и стойкостью к окислению, что позволяет использовать его в качестве армирующей фазы в композитных покрытиях для повышения износостойкости [13–15]. Известно, что бориды вольфрама обладают хорошей химической инертностью, высокими показателями износостойкости и твердости, а также высокой температурой плавления [16; 17]. Исходя из этого можно предположить, что добавление упрочняющих частиц в виде карбидов и боридов вольфрама при короткоимпульсной лазерной наплавке сплава CrFeNi может стать эффективным способом повышения его прочностных характеристик.

Цель работы – изучение изменений структурно-фазового состояния и микротвердости сформированного короткоимпульсной лазерной наплавкой покрытия на основе эквивалентного CrFeNi-сплава при добавлении карбидов и боридов вольфрама.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Многокомпонентные покрытия на основе среднеэнтропийных сплавов формировались путем послойного короткоимпульсного лазерного оплавления предварительно нанесенного порошка на многофункциональной лазерной установке LRS AU (производства компании ОКБ «БУЛАТ»), оснащенной твердотельным лазером (длина волны 1,065 мкм) с ламповой накачкой на основе кристалла алюмо-иттриевого граната, активированного неодимом (Nd:YAG).

Материалом подложки служили пластины из стали 35 (химический состав: Fe–C<sub>0,38</sub>–Si<sub>0,34</sub>–Mn<sub>0,65</sub>–Cr<sub>0,13</sub>–Ni<sub>0,06</sub>–Cu<sub>0,09</sub> мас. %; состояние поставки) размером 45×45×10 мм<sup>3</sup>. Перед нанесением покрытия поверхность пластин была зачищена от окислов при помощи шлифовальной шкурки. В качестве основного материала покрытия использовался эквивалентный сплав системы Cr–Fe–Ni в виде порошка сферической формы с фракцией 50–150 мкм (производства ПАО «Ашинский металлургический завод»), химический состав которого приведен в таблице 1. Для упрочнения CrFeNi-основы покрытия использовался порошок марки GP10BN (60 % WC + 30 % WB + 10 % Co) производства Luoyang Golden Egret Geotools Co., Ltd (Китай) фракции 10–30 мкм. Наплавочный материал многокомпонентного покрытия получали путем механического смешивания порошков сплава CrFeNi и легирующей добавки GP10BN в количестве 3 и 10 мас. %. Соответственно, были получены покрытия CrFeNi + 1,8 % WC + 0,9 % WB + 0,3 % Co и CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co (указаны мас. %). Покрытие без добавления легирующих элементов (CrFeNi) выступало в качестве базового покрытия для сравнения полученных структурных особенностей и микромеханических свойств.

Для нанесения покрытия использовалась технология шликерной лазерной наплавки. Предварительно

Таблица 1. Химический состав порошка CrFeNi, мас. %  
Table 1. Chemical composition of CrFeNi powder, wt. %

Fe	Ni	Cr	C	S	P	Si
Основа	35,6	29,8	0,37	<0,001	0,008	1,62

сформированный слой материала получали путем нанесения суспензии (10 г смеси CrFeNi порошка и легирующей добавки; 2 мл спирто-канифольного раствора) и последующего разравнивания специальным приспособлением («ножом») для достижения равномерной толщины (~200 мкм) слоя по всей площади наплавки. Затем пластину с нанесенным слоем суспензии сушили при помощи фена в течение 15–20 с. После этого пластина помещалась в камеру с непрерывной продувкой инертным газом (аргоном). Сканирование лазерным излучением нанесенного слоя материала осуществлялось по схеме, приведенной на рис. 1 а.

Для наплавки покрытий использовались следующие режимы: длительность импульса – 3,5 мс; частота импульсов – 20 Гц; энергия импульса – 8,3 Дж; расстояние между линиями сканирования – 0,8 мм; диаметр лазерного пятна в фокусной плоскости составлял ~1 мм. После этого наплавленное покрытие повторно подвергалось лазерному воздействию, но с большей степенью расфокусировки лазера с целью получения поверхности с меньшей шероховатостью. Для снижения влияния перемешивания материала покрытия с материалом подложки покрытие наносилось в 3 слоя.

Измерения микротвердости HV покрытий по методу восстановленного отпечатка, а также построения 2D-карт ее распределения выполнялись на поперечном шлифе при помощи автоматизированного микротвердомера Qness Q10A+ (Австрия). Нагрузка на индентор Виккерса составляла 0,245 Н (25 гс), а время выдержки – 10 с. Погрешность измерения определялась по стандартному отклонению с доверительной вероятностью  $p=0,95$ . Наличие оптической системы с увеличивающими объективами позволило применить данное оборудование и для исследования макроструктуры.

Рентгеновский дифракционный анализ (РДА) выполнялся с использованием дифрактометра Shimadzu XRD-7000 (Япония) в излучении Cu-K $\alpha$  с использованием графитового монохроматора. Напряжение на рентгеновской трубке  $U=40$  кВ, ток  $I=30$  мА, размеры фокуса  $1 \times 10$  мм<sup>2</sup>, внешний стандарт – порошок кремния. Съемка дифракционного спектра проводилась в угловом диапазоне  $2\Theta=30-120^\circ$  в пошаговом режиме с шагом сканирования  $\Delta\Theta=0,03^\circ$  и длительностью накопления импульсов 2 с. Идентификация фаз проводилась с использованием базы данных PDF-2 международного центра дифракционных данных ICDD (The International Centre for Diffraction Data). Банк данных ICDD также содержит программу количественного анализа методом корундовых чисел, с помощью которой было определено относительное содержание фаз. Корундовые числа (отношение интенсивностей максимальных линий фаз и эталонной фазы корунда

( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) в смеси 1:1) накапливаются в банке данных ICDD вместе с рентгеновскими стандартами фаз. Данный метод является полуколичественной оценкой.

Измерения полуширины (полная ширина на половине высоты) дифракционных линий выполнялись с помощью программного пакета “New\_profile” (свободное распространение). Пакет включает комплекс средств предварительной обработки дифракционных спектров (отделение фона, исключение  $K\alpha_2$  составляющей дублета). Отделение фона проводилось по методу наименьших квадратов (МНК); для определения параметров одиночных максимумов использовалась квадратичная функция Лоренца. В качестве критерия качества подгонки программный пакет использует значение невязки. В процессе подгонки функции Лоренца под экспериментальные профили одиночных максимумов были получены данные о положении этих максимумов, которые затем использовались для расчета параметров элементарной ячейки обнаруженных фаз.

Поскольку рентгеновский дифракционный спектр содержал уширенные дифракционные максимумы, нами был проведен анализ уширения линий с помощью построения Уильямсона – Холла, при котором предполагается, что уширение вызвано малыми размерами областей когерентного рассеяния (ОКР) и микроискажениями ( $\epsilon$ ) кристаллической структуры (напряжения II рода). Построение выполняется по следующему выражению:

$$\beta = 4 \cdot \epsilon \cdot \tan \Theta + \frac{\lambda}{D \cdot \cos \Theta},$$

где  $\beta$  – физическое уширение, рад.;  
 $\epsilon$  – средняя величина микродеформаций (безразмерная величина);

$\Theta$  – брегговский угол;

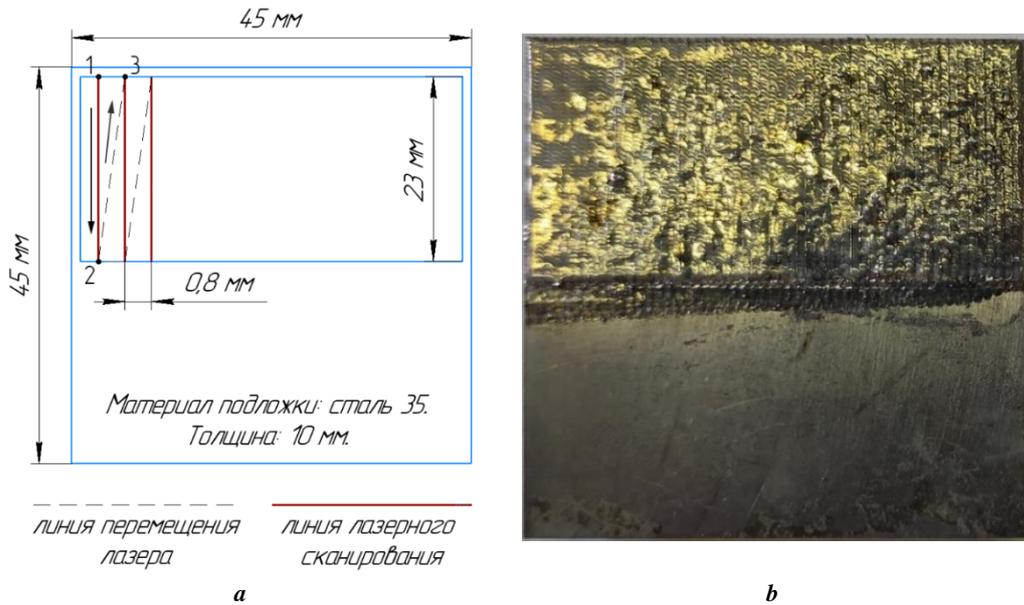
$\lambda$  – длина волны излучения (для Cu-K $\alpha$   $\lambda=1,54051$  Å);

$D$  – размер ОКР, нм.

Электронно-микроскопические исследования проводились на просвечивающем электронном микроскопе JEOL JEM-200CX (Япония). Образцы (толщиной ~300 мкм) для изготовления тонких фольг вырезались на электроискровом станке с последующей шлифовкой до толщины 50–70 мкм. Затем они подвергались двустороннему утонению методом электрополировки.

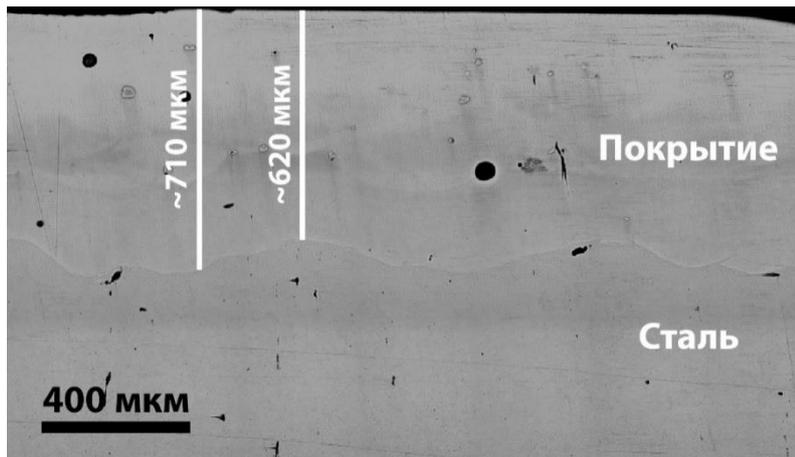
## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 2 показано поперечное сечение покрытия на основе среднеэнтропийного сплава CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co (мас. %), полученное с помощью оптической микроскопии. Как видно, значение толщины покрытия после лазерной наплавки в 3 слоя варьируется



**Рис. 1.** Схема лазерного сканирования предварительно нанесенного порошка (а) и внешний вид стального образца с наплавленным покрытием (б)

**Fig. 1.** Scheme of laser scanning of pre-applied powder (a) and appearance of a steel sample with a fused coating (b)



**Рис. 2.** Макроструктура наплавленного покрытия на основе среднеэнтропийного сплава CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co в плоскости поперечного сечения  
**Fig. 2.** Macrostructure of a fused coating based on CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co medium-entropy alloy in the cross-section plane

примерно от 620 до 710 мкм. Макроструктура исследованного образца, представленная на рис. 2, подтверждает, что в процессе наплавки формируется относительно плотное однородное покрытие без крупных дефектов в виде трещин. В покрытии присутствуют отдельные дефекты сплошности в виде пор, имеющих преимущественно округлую форму. Стоит также отметить, что в ходе лазерной наплавки сформировалась почти бездефектная переходная зона между материалом покрытия и материалом подложки: отсутствуют отслоения покрытия, встречаются лишь отдельные вытянутые поры.

Результаты, полученные при измерении микротвердости по методу восстановленного отпечатка, указыва-

ют на рост микротвердости покрытий до 26 % при добавлении упрочняющих добавок в виде карбидов и боридов вольфрама. Как видно из таблицы 2 и графика, представленного на рис. 3, микротвердость исходного CrFeNi-покрытия, сформированного лазерной наплавкой, составляет в среднем  $340 \pm 6$  HV<sub>0,025</sub>.

Увеличение массовой доли WC и WB в покрытиях ведет к повышению уровня микротвердости. Средний уровень микротвердости образца CrFeNi + 1,8 % WC + 0,9 % WB + 0,3 % Co составляет примерно  $380 \pm 11$  HV<sub>0,025</sub>, в то время как данный показатель для образца CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co составляет  $430 \pm 12$  HV<sub>0,025</sub>, что на 12 и 26 % соответственно выше, чем у исходного образца без упрочняющих добавок.

Таблица 2. Результаты измерения микротвердости исследованных образцов  
Table 2. The results of measuring microhardness of the studied samples

Покрытие	Среднее значение, HV	Среднеквадратическое отклонение $\sigma$ , HV	Размах вариации R, HV	Коэффициент вариации $V_{\sigma}$ , %
CrFeNi	340±6	37	175	10,6
CrFeNi + 1,8 % WC + 0,9 % WB + 0,3 % Co	380±11	51	263	13,4
CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co	430±12	61	328	14,2

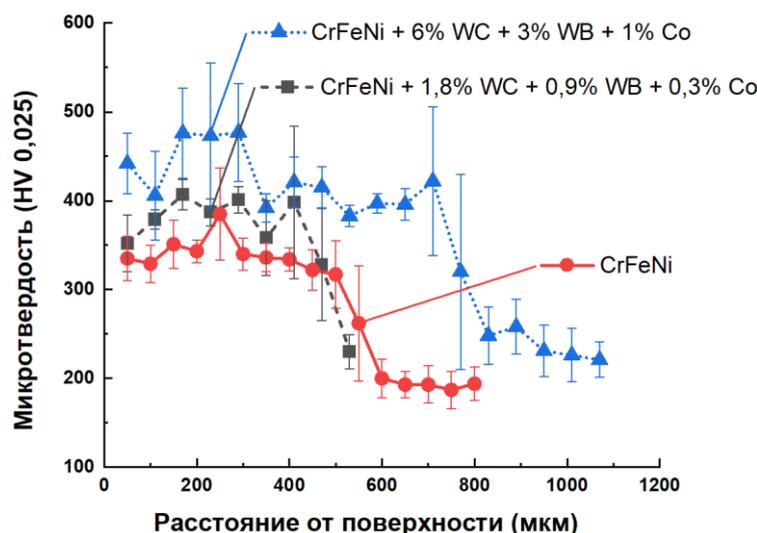


Рис. 3. График изменения микротвердости образцов с наплавленными покрытиями в зависимости от расстояния от поверхности

Fig. 3. Graph of changes in microhardness of samples with deposited coatings depending on the distance from the surface

На рис. 4 приведены 2D-карты распределения микротвердости в плоскости поперечного сечения исследованных образцов, где красным цветом отмечены области, обладающие высокими значениями микротвердости (465–500 HV 0,025 и выше), а синим цветом – области с наименьшими значениями микротвердости (150–200 HV 0,025). Как видно, исходный образец CrFeNi характеризуется относительно однородным распределением микротвердости в плоскости поперечного сечения (рис. 4 а). Незначительные отклонения в распределении микротвердости наблюдаются в покрытии CrFeNi + 1,8 % WC + 0,9 % WB + 0,3 % Co (рис. 4 б): участки покрытия вблизи переходной зоны «покрытие – сталь» обладают несколько большим уровнем микротвердости.

Результаты РДА для образца CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co приведены на рис. 5. Фазовый анализ показал, что образец содержит три фазы:  $\gamma$ -фаза (твёрдый раствор на основе CrFeNi), карбид хрома Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (пространственная группа Fm-3m) и карбид вольфрама WC. Соотношение дифракционных максимумов свидетельствует, что  $\gamma$ -фаза имеет ярко выраженную текстуру с осью зоны [200]. Анализ профилей

дифракционных пиков показал, что их ширина значительно превышает инструментальную ширину. В результате расчетов было установлено, что средний размер ОКР  $\gamma$ -фазы равен 59 нм, а среднее значение микродоформаций ( $\langle \epsilon \rangle$ ) составило 0,26 %.

Параметры элементарной ячейки, рассчитанные с помощью метода наименьших квадратов (программа RTP 32), и количественный состав показаны в таблице 3. Видно, что параметр решетки  $\gamma$ -твёрдого раствора на основе CrFeNi при добавках карбидов и боридов вольфрама практически не изменился ( $a=3,598 \text{ \AA}$  и  $a=3,599 \text{ \AA}$  соответственно). Представленные результаты количественного анализа для покрытия CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co (~86 мас. %  $\gamma$ , ~13 мас. % Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, ~1 мас. % WC) являются оценочными из-за наличия текстуры кристаллитов  $\gamma$ -фазы.

Методом ПЭМ проведено исследование структуры CrFeNi-сплава, сформированного методом короткоимпульсной лазерной наплавки. На рис. 6 а, б показаны особенности микроструктуры образца. Наблюдаются вытянутые субзерна, внутри которых присутствуют отдельные дислокации или дислокационные ячейки.

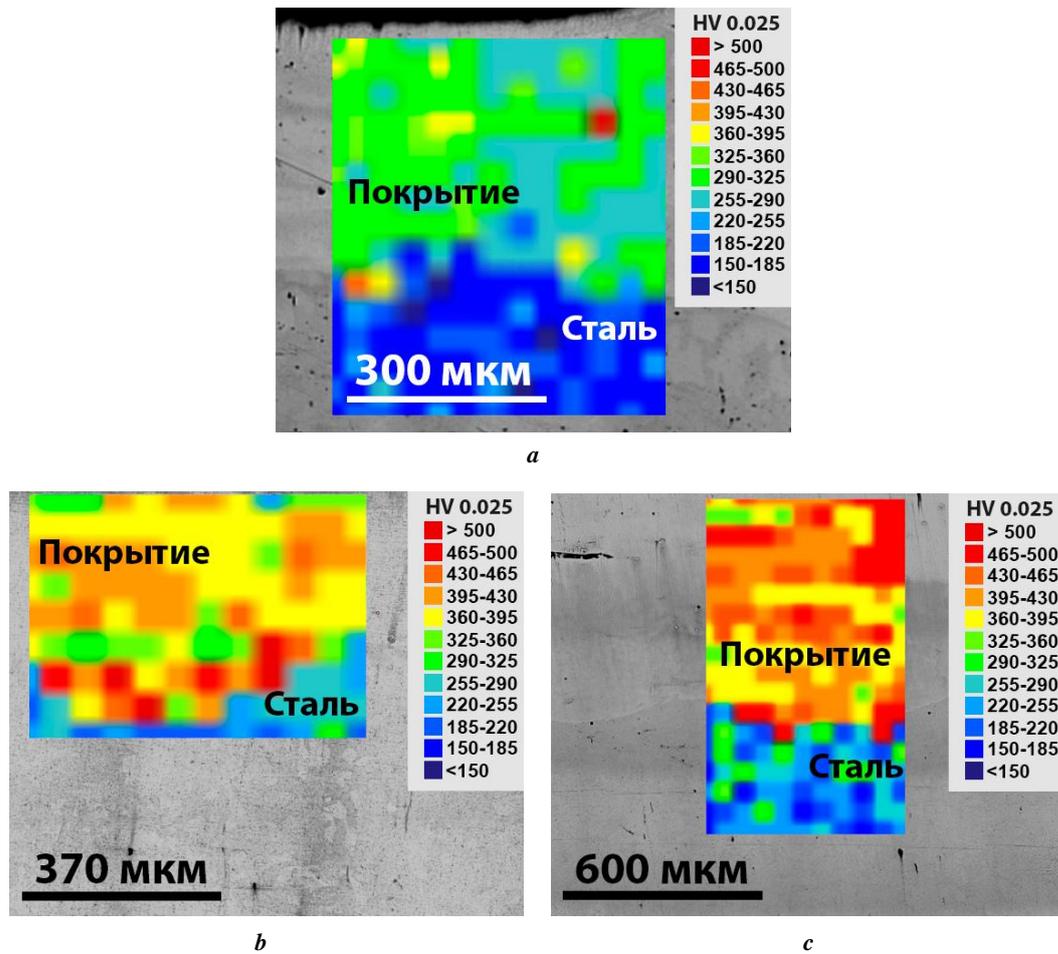


Рис. 4. 2D-карты распределения микротвердости наплавленных покрытий в плоскости поперечного сечения образцов: *a* – CrFeNi; *b* – CrFeNi + 1,8 % WC + 0,9 % WB + 0,3 % Co; *c* – CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co  
 Fig. 4. 2D distribution maps of microhardness of deposited coatings in the cross-sectional plane of the samples: *a* – CrFeNi; *b* – CrFeNi + 1.8 % WC + 0.9 % WB + 0.3 % Co; *c* – CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co

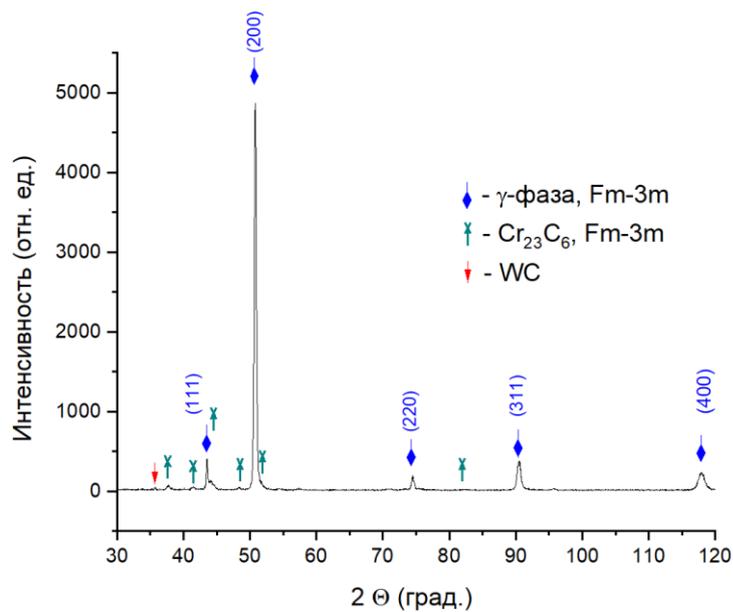


Рис. 5. Рентгеновская дифрактограмма образца CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co  
 Fig. 5. X-ray diffraction pattern of the CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co sample

Таблица 3. Фазовый состав, параметры элементарной ячейки исследованных образцов  
Table 3. Phase composition, elementary cell parameters of the studied samples

Фаза	Содержание, мас. %	Параметры элементарной ячейки, Å	
		<i>a</i>	<i>V</i>
<b>Покрытие CrFeNi</b>			
γ-фаза, Fm-3m	100,0	3,598	46,58
<b>Покрытие CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co</b>			
γ-фаза, Fm-3m	86,2	3,599	46,62
Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , Fm-3m	12,7	10,660	1 214,20
WC	1,0		

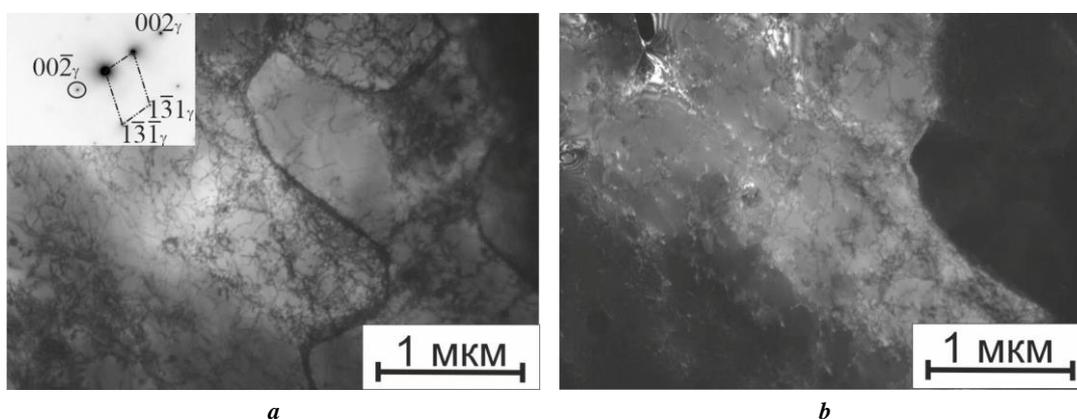


Рис. 6. Структура образца CrFeNi: *a* – светлопольное изображение; на вкладки – картина микродифракции, ось зоны [130]<sub>γ</sub>; *b* – темнопольное изображение в рефлексе 002<sub>γ</sub>

Fig. 6. Structure of the CrFeNi sample: *a* – bright-field image; in the insert – microdiffraction pattern, [130]<sub>γ</sub> zone axis; *b* – dark-field image in the 002<sub>γ</sub> reflection

Границы субзерен широкие, состоящие из скоплений дислокаций. Рефлексы на снимке микродифракции (рис. 6 а) принадлежат только γ-фазе, что также подтверждается результатами, полученными в работах [18; 19]. В целом структура образца характерна для полученных методом селективного сплавления образцов и является однофазной.

На рис. 7 показаны особенности структуры образца CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co. На рис. 7 а, 7 с видны ГЦК-зерна размером 1–2 мкм вытянутой или округлой формы. Внутри зерен присутствует небольшое количество дислокаций. По границам зерен произошло выделение фазы Me<sub>23</sub>C<sub>6</sub>. На картинах микродифракции кроме ГЦК-рефлексов твердого раствора присутствует сетка рефлексов Me<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (рис. 7 б). На темнопольном изображении (рис. 7 д) по границам зерен светятся выделения фазы Me<sub>23</sub>C<sub>6</sub>.

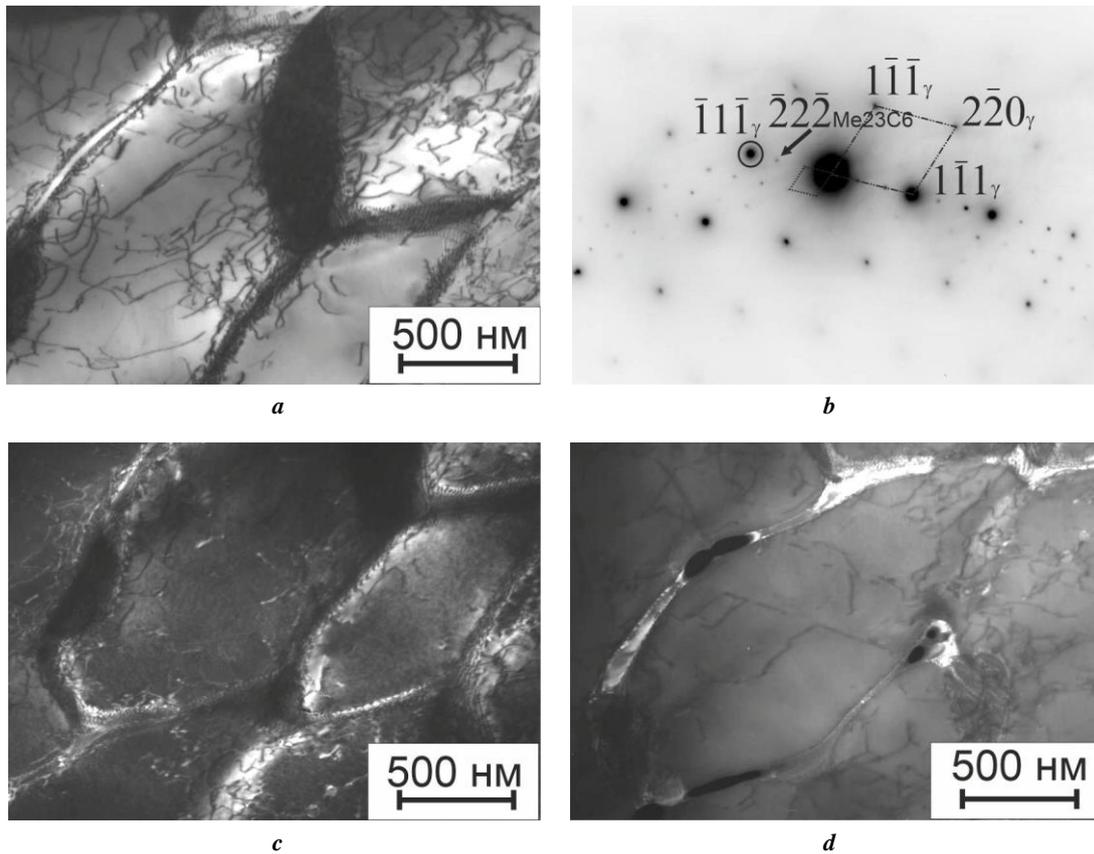
### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Важно отметить, что результаты данной работы подтверждают принципиальную возможность применения эвтектичного CrFeNi-сплава в качестве поверхностного

слоя, сформированного методом лазерной наплавки. Это позволяет экономить дорогостоящий материал. А для получения плотного покрытия и переходной зоны (от покрытия к стальной основе) без дефектов сплошности (пор) требуется, по-видимому, более тщательный подбор технологических режимов наплавки.

Микротвердость CrFeNi-сплава зависит от технологии изготовления. Для сравнения, технологии получения CrFeNi-сплава без использования лазерного излучения характеризуются меньшими значениями микротвердости. Так, в работе [18] сплав CrFeNi, изготовленный с помощью технологии искрового плазменного спекания, обладал средней микротвердостью 267 HV. Микротвердость CrFeNi-образцов, изготовленных методом вакуумно-дуговой плавки в атмосфере аргона, составляла примерно 200 HV [19], в то время как микротвердость исходного CrFeNi-покрытия, сформированного лазерной наплавкой, составляет в среднем 340±6 HV 0,025.

В ходе работы выявлено, что добавление карбидов и боридов вольфрама положительно влияет на значения микротвердости наплавленных покрытий. Схожий подход к повышению прочностных свойств CrFeNi-сплава



**Рис. 7.** Структура образца CrFeNi + 6 % WC+3 % WB +1 % Co:  
*a* – светлопольное изображение; *b* – картина микродифракции, оси зон  $[110]_{\gamma}$  и  $[110]_{Me_{23}C_6}$  ;  
*c* – темнопольное изображение в рефлексе  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}_{\gamma}$ ; *d* – темнопольное изображение в рефлексе  $\bar{2}\bar{2}\bar{2}_{Me_{23}C_6}$   
**Fig. 7.** Structure of the CrFeNi + 6 % WC+3 % WB +1 % Co sample:  
*a* – bright-field image; *b* – microdiffraction pattern, axis of  $[110]_{\gamma}$  and  $[110]_{Me_{23}C_6}$  zones;  
*c* – dark-field image in the  $\bar{1}\bar{1}\bar{1}_{\gamma}$  reflection; *d* – dark-field image in the  $\bar{2}\bar{2}\bar{2}_{Me_{23}C_6}$  reflection

путем добавления частиц упоминается в работе [20]: добавление в исходный сплав CrFeNi 1 мас. % оксида иттрия  $Y_2O_3$  и 1 мас. % циркония Zr приводит к увеличению микротвердости до 474 HV.

Основываясь на полученных результатах исследования структуры и фазового состава, можно предположить, что такой эффект упрочнения вносят выделения специального карбида хрома  $Cr_{23}C_6$ , формирующиеся по границам зерен  $\gamma$ -твердого раствора. Твердость карбида  $Cr_{23}C_6$  составляет 1000–1150 HV [21]. Рентгеновским методом в наплавленном покрытии не выявлено присутствия боридов вольфрама WB, который в количестве 3 мас. % добавлялся к порошку эквивалентного CrFeNi-сплава. Однако методом РДА в покрытии был обнаружен в небольшом количестве (1 мас. %) карбид вольфрама WC (рис. 5, таблица 3), который наряду с карбидами хрома обуславливает дисперсионное упрочнение покрытия. Из указанных данных следует, что борид вольфрама полностью растворился при лазерной наплавке покрытия, а карбид вольфрама растворился лишь частично. Этому способствует большее количество добавляемого карбида WC (6 мас. %), а также более высокая температура плавления у карби-

да вольфрама ( $T_{плWC}=2870$  °C), чем у борид вольфрама ( $T_{плWB}=2660$  °C).

Для образования карбида хрома  $Cr_{23}C_6$  необходимо наличие свободного углерода. Несмотря на то, что в исходном CrFeNi-порошке для наплавки содержится 0,37 мас. % C, при наплавке исходного CrFeNi-покрытия без добавок образуется однофазная структура  $\gamma$ -твердого раствора. Выделения карбида хрома  $Cr_{23}C_6$  обнаружены только в покрытии с добавками. Из этого может следовать предположение о том, что часть карбидов вольфрама WC (возможно значительная) растворилась из-за высоких значений мгновенной мощности в процессе короткоимпульсной лазерной наплавки. А в процессе кристаллизации углерод образовал соединения с хромом, как более активным химическим элементом.

При растворении в результате лазерной наплавки частиц WC и WB атомы вольфрама переходят в  $\gamma$ -твердый раствор на основе системы легирования Cr–Fe–Ni, замещая в узлах кристаллической решетки отдельные атомы хрома, железа или никеля. Это приводит к микроскаженим решетки и соответствующему дополнительному упрочнению покрытия.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Показана принципиальная возможность получения относительно качественных (с наличием отдельных пор) покрытий на основе эквиатомного CrFeNi-сплава толщиной 600–700 мкм методом короткоимпульсной шликерной лазерной наплавки.

Методом ПЭМ установлено, что сформированное методом короткоимпульсной лазерной наплавки покрытие из исходного CrFeNi-сплава без упрочняющих добавок характеризуется однофазной структурой ( $\gamma$ -твердый раствор) с размером зерен 1–2 мкм. Добавление к CrFeNi-основе упрочняющих частиц в виде карбидов и боридов вольфрама (WC и WB) приводит к выделению в лазерном покрытии по границам зерен второй фазы –  $\text{Me}_{23}\text{C}_6$ . Результаты рентгеновского дифракционного фазового анализа подтверждают наличие в покрытии CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co фазы  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , полное растворение в процессе лазерной наплавки боридов WB и частичное растворение карбида WC. По приближительным (из-за наличия текстуры у  $\gamma$ -фазы) расчетам содержание выделившейся при кристаллизации фазы  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  составляет 12,7 мас. %. Параметр элементарной ячейки  $\gamma$ -фазы при добавлении упрочняющих частиц в покрытие на основе CrFeNi существенно не меняется. В обоих случаях он составляет (3,598–3,599) Å.

Полученные результаты микротвердости по методу восстановленного отпечатка свидетельствуют о том, что микротвердость в плоскости поперечного сечения образцов характеризуется относительной однородностью. Лишь в покрытии CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co наблюдаются отдельные участки с повышенным уровнем микротвердости. Полученные результаты свидетельствуют об упрочнении покрытий на CrFeNi-основе путем добавления карбидов и боридов вольфрама. Образец CrFeNi + 1,8 % WC + 0,9 % WB + 0,3 % Co обладает средней микротвердостью  $380 \pm 11$  HV 0,025, это на 12 % выше исходного значения. Средняя микротвердость образца CrFeNi + 6 % WC + 3 % WB + 1 % Co составляет  $430 \pm 12$  HV 0,025, что на 26 % превосходит средний уровень микротвердости исходного покрытия ( $340 \pm 6$  HV 0,025) системы легирования Cr–Fe–Ni без добавок карбидов и боридов вольфрама.

Установленное в результате добавок 6 % WC и 3 % WB упрочнение покрытия на основе эквиатомного сплава CrFeNi обусловлено наличием в структуре лазерного покрытия частиц карбидов хрома  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  и вольфрама WC, а также, по-видимому, возникновением микроискажений кристаллической решетки  $\gamma$ -твердого раствора на основе CrFeNi вследствие его легирования атомами вольфрама, высвободившимися при растворении боридов и карбидов вольфрама в процессе высокотемпературного короткоимпульсного лазерного нагрева.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2004. Vol. 375–377. P. 213–218. DOI: [10.1016/j.msea.2003.10.257](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257).
2. Yeh Jien-Wei, Lin Su-Jien, Chin Tsung-Shune, Gan Jon-Yiew, Chen Swe-Kai, Shun Tao-Tsung, Tsau Chung-Huei, Chou Shou-Yi. Formation of simple crystal structures in Cu–Co–Ni–Cr–Al–Fe–Ti–V alloys with multiprincipal metallic elements // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2004. Vol. 35. P. 2533–2536. DOI: [10.1007/s11661-006-0234-4](https://doi.org/10.1007/s11661-006-0234-4).
3. Zhang Yong, Zuo Ting Ting, Tang Zhi, Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Zhao Ping. Microstructures and properties of high-entropy alloys // *Progress in Materials Science*. 2014. Vol. 61. P. 1–93. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2013.10.001](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.10.001).
4. Butler T.M., Weaver M.L. Influence of annealing on the microstructures and oxidation behaviors of  $\text{Al}_8(\text{CoCrFeNi})_{92}$ ,  $\text{Al}_{15}(\text{CoCrFeNi})_{85}$ , and  $\text{Al}_{30}(\text{CoCrFeNi})_{70}$  high-entropy alloys // *Metals*. 2016. Vol. 6. № 9. Article number 222. DOI: [10.3390/met6090222](https://doi.org/10.3390/met6090222).
5. Daoud H.M., Manzoni A.M., Völkl R., Wanderka N., Glatzel U. Oxidation behavior of  $\text{Al}_8\text{Co}_{17}\text{Cr}_{17}\text{Cu}_8\text{Fe}_{17}\text{Ni}_{33}$ ,  $\text{Al}_{23}\text{Co}_{15}\text{Cr}_{23}\text{Cu}_8\text{Fe}_{15}\text{Ni}_{15}$ , and  $\text{Al}_{17}\text{Co}_{17}\text{Cr}_{17}\text{Cu}_{17}\text{Fe}_{17}\text{Ni}_{17}$  compositionally complex alloys (high-entropy alloys) at elevated temperatures in air // *Advanced Engineering Materials*. 2015. Vol. 17. № 8. P. 1134–1141. DOI: [10.1002/adem.201500179](https://doi.org/10.1002/adem.201500179).
6. Gludovatz B., Hohenwarter A., Thurston K.V.S., Bei Hongbin, Wu Zhenggang, George E.P., Ritchie R.O. Exceptional damage-tolerance of a medium-entropy alloy CrCoNi at cryogenic temperatures // *Nature Communications*. 2016. Vol. 7. Article number 10602. DOI: [10.1038/ncomms10602](https://doi.org/10.1038/ncomms10602).
7. Arif Z.U., Khalid M.Y., Rashid A.A., Rehman E.U., Atif M. Laser deposition of high-entropy alloys: A comprehensive review // *Optics & Laser Technology*. 2022. Vol. 145. Article number 107447. DOI: [10.1016/j.optlastec.2021.107447](https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2021.107447).
8. Xiang Kang, Chai Linjiang, Wang Yueyuan, Wang Hao, Guo Ning, Ma Yanlong, Murty K.L. Microstructural characteristics and hardness of CoNiTi medium-entropy alloy coating on pure Ti substrate prepared by pulsed laser cladding // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 849. Article number 156704. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.156704](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156704).
9. Geng Yanfei, Konovalov S.V., Chen Xizhang. Research status and application of the high-entropy and traditional alloys fabricated via the laser cladding // *Progress in Physics of Metals*. 2020. Vol. 21. № 1. P. 26–45. DOI: [10.15407/ufm.21.01.026](https://doi.org/10.15407/ufm.21.01.026).
10. Juan Yongfei, Zhang Jiao, Dai Yongbing, Dong Qing, Han Yanfeng. Designing rules of laser-clad high-entropy alloy coatings with simple solid solution phases // *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*. 2020. Vol. 33. P. 1064–1076. DOI: [10.1007/s40195-020-01040-0](https://doi.org/10.1007/s40195-020-01040-0).
11. Chen Zhao, Wen Xiaoli, Wang Weili, Lin Xin, Yang Haiou, Jiang Ze, Chen Lianyang, Wu Haibin, Li Wenhui, Li Nan. Engineering fine grains, dislocations and precipitates for enhancing the strength of TiB<sub>2</sub>-modified CoCrFeMnNi high-entropy alloy using Laser Powder Bed Fusion // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 26. P. 1198–1213. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.07.244](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.07.244).
12. He Junyang, Makineni S.K., Lu Wenjun, Shang Yuan-yuan, Lu Zhaoping, Li Zhiming, Gault B. On the formation of hierarchical microstructure in a Mo-doped NiCoCr medium-entropy alloy with enhanced strength-

- ductility synergy // *Scripta Materialia*. 2020. Vol. 175. P. 1–6. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2019.08.036](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.08.036).
13. Ren Mengfei, Li Ruifen, Zhang Xiaoqiang, Gu Jiayang, Jiao Chen. Effect of WC particles preparation method on microstructure and properties of laser cladded Ni60-WC coatings // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 22. P. 605–616. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.11.120](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.11.120).
  14. Cao Qizheng, Fan Li, Chen Haiyan, Hou Yue, Dong Lihua, Ni Zhiwei. Wear behavior of laser cladded WC-reinforced Ni-based coatings under low temperature // *Tribology International*. 2022. Vol. 176. Article number 107939. DOI: [10.1016/j.triboint.2022.107939](https://doi.org/10.1016/j.triboint.2022.107939).
  15. Sabzi M., Dezfuli S.M., Mirsaeeaghazi S.M. The effect of pulse-reverse electroplating bath temperature on the wear/corrosion response of Ni-Co/tungsten carbide nanocomposite coating during layer deposition // *Ceramics International*. 2018. Vol. 44. № 16. P. 19492–19504. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.07.189](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.07.189).
  16. Dash T., Nayak B.B. Preparation of multi-phase composite of tungsten carbide, tungsten boride and carbon by arc plasma melting: characterization of melt-cast product // *Ceramics International*. 2016. Vol. 42. № 1-A. P. 445–459. DOI: [10.1016/j.ceramint.2015.08.129](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.08.129).
  17. Chen Hai-Hua, Bi Yan, Cheng Yan, Ji Guangfu, Peng Fang, Hu Yan-Fei. Structural and thermodynamic properties of WB at high pressure and high temperature // *Physica B: Condensed Matter*. 2012. Vol. 407. № 24. P. 4760–4764. DOI: [10.1016/j.physb.2012.08.016](https://doi.org/10.1016/j.physb.2012.08.016).
  18. Liang Dingshan, Zhao Cancan, Zhu Weiwei, Wei Pengbo, Jiang Feilong, Ren Fuzeng. Significantly enhanced wear resistance of an ultrafine-grained CrFeNi medium-entropy alloy at elevated temperatures // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2020. Vol. 51. P. 2834–2850. DOI: [10.1007/s11661-020-05755-8](https://doi.org/10.1007/s11661-020-05755-8).
  19. Zhang Hongbin, Chen Kang, Wang Zhongwei, Zhou Hai-ping, Gao Kuidong, Du Yichang, Su Yukuo. Microstructure and mechanical properties of novel Si-added CrFeNi medium-entropy alloy prepared via vacuum arc-melting // *Journal of Alloys and Compounds*. 2022. Vol. 904. Article number 164136. DOI: [10.1016/j.jallcom.2022.164136](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164136).
  20. Peng Shibo, Lu Zheng, Yu Li. Control of microstructure and hardness of ODS-CrFeNi MEAs by Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Zr addition // *Materials Characterization*. 2022. Vol. 186. Article number 111816. DOI: [10.1016/j.matchar.2022.111816](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.111816).
  21. Makarov A.V., Soboleva N.N., Malygina I.Yu. Role of the strengthening phases in abrasive wear resistance of laser-clad NiCrBSi coatings // *Journal of Friction and Wear*. 2017. Vol. 38. № 4. P. 272–278. DOI: [10.3103/S1068366617040080](https://doi.org/10.3103/S1068366617040080).
- REFERENCES**
1. Cantor B., Chang I.T.H., Knight P., Vincent A.J.B. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 375-377, pp. 213–218. DOI: [10.1016/j.msea.2003.10.257](https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.10.257).
  2. Yeh Jien-Wei, Lin Su-Jien, Chin Tsung-Shune, Gan Jon-Yiew, Chen Swe-Kai, Shun Tao-Tsung, Tsau Chung-Huei, Chou Shou-Yi. Formation of simple crystal structures in Cu–Co–Ni–Cr–Al–Fe–Ti–V alloys with multiprincipal metallic elements. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, vol. 35, pp. 2533–2536. DOI: [10.1007/s11661-006-0234-4](https://doi.org/10.1007/s11661-006-0234-4).
  3. Zhang Yong, Zuo Ting Ting, Tang Zhi, Gao M.C., Dahmen K.A., Liaw P.K., Lu Zhao Ping. Microstructures and properties of high-entropy alloys. *Progress in Materials Science*, 2014, vol. 61, pp. 1–93. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2013.10.001](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2013.10.001).
  4. Butler T.M., Weaver M.L. Influence of annealing on the microstructures and oxidation behaviors of Al<sub>8</sub>(CoCrFeNi)<sub>92</sub>, Al<sub>15</sub>(CoCrFeNi)<sub>85</sub>, and Al<sub>30</sub>(CoCrFeNi)<sub>70</sub> high-entropy alloys. *Metals*, 2016, vol. 6, no. 9, article number 222. DOI: [10.3390/met6090222](https://doi.org/10.3390/met6090222).
  5. Daoud H.M., Manzoni A.M., Völkl R., Wanderka N., Glatzel U. Oxidation behavior of Al<sub>8</sub>Co<sub>17</sub>Cr<sub>17</sub>Cu<sub>8</sub>Fe<sub>17</sub>Ni<sub>33</sub>, Al<sub>23</sub>Co<sub>15</sub>Cr<sub>23</sub>Cu<sub>8</sub>Fe<sub>15</sub>Ni<sub>15</sub>, and Al<sub>17</sub>Co<sub>17</sub>Cr<sub>17</sub>Cu<sub>17</sub>Fe<sub>17</sub>Ni<sub>17</sub> compositionally complex alloys (high-entropy alloys) at elevated temperatures in air. *Advanced Engineering Materials*, 2015, vol. 17, no. 8, pp. 1134–1141. DOI: [10.1002/adem.201500179](https://doi.org/10.1002/adem.201500179).
  6. Gludovatz B., Hohenwarter A., Thurston K.V.S., Bei Hongbin, Wu Zhenggang, George E.P., Ritchie R.O. Exceptional damage-tolerance of a medium-entropy alloy CrCoNi at cryogenic temperatures. *Nature Communications*, 2016, vol. 7, article number 10602. DOI: [10.1038/ncomms10602](https://doi.org/10.1038/ncomms10602).
  7. Arif Z.U., Khalid M.Y., Rashid A.A., Rehman E.U., Atif M. Laser deposition of high-entropy alloys: A comprehensive review. *Optics & Laser Technology*, 2022, vol. 145, article number 107447. DOI: [10.1016/j.optlastec.2021.107447](https://doi.org/10.1016/j.optlastec.2021.107447).
  8. Xiang Kang, Chai Linjiang, Wang Yueyuan, Wang Hao, Guo Ning, Ma Yanlong, Murty K.L. Microstructural characteristics and hardness of CoNiTi medium-entropy alloy coating on pure Ti substrate prepared by pulsed laser cladding. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 849, article number 156704. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.156704](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.156704).
  9. Geng Yanfei, Konovalov S.V., Chen Xizhang. Research status and application of the high-entropy and traditional alloys fabricated via the laser cladding. *Progress in Physics of Metals*, 2020, vol. 21, no. 1, pp. 26–45. DOI: [10.15407/ufm.21.01.026](https://doi.org/10.15407/ufm.21.01.026).
  10. Juan Yongfei, Zhang Jiao, Dai Yongbing, Dong Qing, Han Yanfeng. Designing rules of laser-clad high-entropy alloy coatings with simple solid solution phases. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2020, vol. 33, pp. 1064–1076. DOI: [10.1007/s40195-020-01040-0](https://doi.org/10.1007/s40195-020-01040-0).
  11. Chen Zhao, Wen Xiaoli, Wang Weili, Lin Xin, Yang Haiou, Jiang Ze, Chen Lianyang, Wu Haibin, Li Wenhui, Li Nan. Engineering fine grains, dislocations and precipitates for enhancing the strength of TiB<sub>2</sub>-modified CoCrFeMnNi high-entropy alloy using Laser Powder Bed Fusion. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 26, pp. 1198–1213. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.07.244](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.07.244).
  12. He Junyang, Makineni S.K., Lu Wenjun, Shang Yuanyuan, Lu Zhaoping, Li Zhiming, Gault B. On the formation of hierarchical microstructure in a Mo-doped NiCoCr medium-entropy alloy with enhanced strength-ductility synergy. *Scripta Materialia*, 2020, vol. 175, pp. 1–6. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2019.08.036](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.08.036).

13. Ren Mengfei, Li Ruifen, Zhang Xiaoqiang, Gu Jiayang, Jiao Chen. Effect of WC particles preparation method on microstructure and properties of laser cladded Ni60-WC coatings. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 22, pp. 605–616. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.11.120](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.11.120).
14. Cao Qizheng, Fan Li, Chen Haiyan, Hou Yue, Dong Lihua, Ni Zhiwei. Wear behavior of laser cladded WC-reinforced Ni-based coatings under low temperature. *Tribology International*, 2022, vol. 176, article number 107939. DOI: [10.1016/j.triboint.2022.107939](https://doi.org/10.1016/j.triboint.2022.107939).
15. Sabzi M., Dezfuli S.M., Mirsaedghazi S.M. The effect of pulse-reverse electroplating bath temperature on the wear/corrosion response of Ni-Co/tungsten carbide nanocomposite coating during layer deposition. *Ceramics International*, 2018, vol. 44, no. 16, pp. 19492–19504. DOI: [10.1016/j.ceramint.2018.07.189](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.07.189).
16. Dash T., Nayak B.B. Preparation of multi-phase composite of tungsten carbide, tungsten boride and carbon by arc plasma melting: characterization of melt-cast product. *Ceramics International*, 2016, vol. 42, no. 1-A, pp. 445–459. DOI: [10.1016/j.ceramint.2015.08.129](https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.08.129).
17. Chen Hai-Hua, Bi Yan, Cheng Yan, Ji Guangfu, Peng Fang, Hu Yan-Fei. Structural and thermodynamic properties of WB at high pressure and high temperature. *Physica B: Condensed Matter*, 2012, vol. 407, no. 24, pp. 4760–4764. DOI: [10.1016/j.physb.2012.08.016](https://doi.org/10.1016/j.physb.2012.08.016).
18. Liang Dingshan, Zhao Cancan, Zhu Weiwei, Wei Pengbo, Jiang Feilong, Ren Fuzeng. Significantly enhanced wear resistance of an ultrafine-grained CrFeNi medium-entropy alloy at elevated temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2020, vol. 51, pp. 2834–2850. DOI: [10.1007/s11661-020-05755-8](https://doi.org/10.1007/s11661-020-05755-8).
19. Zhang Hongbin, Chen Kang, Wang Zhongwei, Zhou Haiping, Gao Kuidong, Du Yichang, Su Yukuo. Microstructure and mechanical properties of novel Si-added CrFeNi medium-entropy alloy prepared via vacuum arc-melting. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, vol. 904, article number 164136. DOI: [10.1016/j.jallcom.2022.164136](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.164136).
20. Peng Shibo, Lu Zheng, Yu Li. Control of microstructure and hardness of ODS-CrFeNi MEAs by Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Zr addition. *Materials Characterization*, 2022, vol. 186, article number 111816. DOI: [10.1016/j.matchar.2022.111816](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.111816).
21. Makarov A.V., Soboleva N.N., Malygina I.Yu. Role of the strengthening phases in abrasive wear resistance of laser-clad NiCrBSi coatings. *Journal of Friction and Wear*, 2017, vol. 38, no. 4, pp. 272–278. DOI: [10.3103/S1068366617040080](https://doi.org/10.3103/S1068366617040080).

## The influence of tungsten carbide and boride additives on the structure and microhardness of CrFeNi equiatomic coating formed by short-pulse laser cladding

© 2024

*Aleksandr K. Stepchenkov*\*<sup>1,4</sup>, junior researcher

*Aleksey V. Makarov*<sup>1,5</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Corresponding member of RAS, Head of Department of Materials Science, Head of Laboratory of Mechanical Properties

*Elena G. Volkova*<sup>1,6</sup>, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher

*Svetlana Kh. Estemirova*<sup>2,7</sup>, PhD (Chemistry), senior researcher

*Evgeny V. Kharanzhevskiy*<sup>3,8</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, Head of Laboratory of Physics and Chemistry of Materials

<sup>1</sup>*M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS, Yekaterinburg (Russia)*

<sup>2</sup>*Institute of Metallurgy of the Ural Branch of RAS, Yekaterinburg (Russia)*

<sup>3</sup>*Udmurt State University, Izhevsk (Russia)*

\*E-mail: [stepchenkov@imp.uran.ru](mailto:stepchenkov@imp.uran.ru),  
[alexander.stepchenkov@gmail.com](mailto:alexander.stepchenkov@gmail.com)

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9431-0170>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-2228-0643>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4958-3027>

<sup>7</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7039-1420>

<sup>8</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1525-2169>

Received 27.06.2023

Accepted 30.01.2024

**Abstract:** A coating based on a single-phase medium-entropy CrFeNi alloy with a face centered cubic (fcc) structure has good ductility, relatively high anti-corrosion properties, low cost, but insufficient strength for its widespread use. It is assumed that adding strengthening particles in the form of tungsten carbides and borides to the CrFeNi equiatomic coating will lead to an increase in its mechanical properties. This work studies the influence of tungsten carbide and boride additives on the structure and microhardness of a CrFeNi equiatomic coating. The coatings were formed by layer-by-layer short-pulse laser cladding with preplaced powder on a multifunctional laser installation equipped with a solid-state laser with a lamp pump based on an Nd:YAG crystal. The change in phase composition when adding strengthening particles was detected using X-ray diffraction analysis and transmission electron microscopy (TEM). Both methods confirmed the precipitation of Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> chromium carbide in the deposited coatings. TEM photographs indicate that the precipitated phase is distributed along the grain boundaries of the  $\gamma$ -solid solution. The study found that the addition of 6 wt. % WC and 3 wt. % WB increases the level of microhardness of the CrFeNi coating by 26 % (from 340±6 to 430±12 HV 0.025). This occurs due to the presence of

Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, WC particles in the structure and possible microdistortions of the crystal lattice of the  $\gamma$ -phase as a result of doping with tungsten atoms released during the dissolution of tungsten borides and carbides in the process of high-temperature short-pulse laser heating.

**Keywords:** CrFeNi coating; medium-entropy alloys; tungsten carbides/borides; short-pulse laser cladding; equiatomic coatings; microhardness.

**Acknowledgments:** The work was carried out within the state assignment to M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences (IMP UB RAS) on the topic “Structure” No. 122021000033-2. The research was carried out using the equipment of the Electron Microscopy and Mechanical Testing Departments of the Collaborative Access Center “Testing Center of Nanotechnology and Advanced Materials” of IMP UB RAS.

A.K. Stepchenkov thanks M.N. Mikheev Institute of Metal Physics for the support of the work under the state assignment to IMP UB RAS on the topic “Structure” No. 122021000033-2, which was carried out within the framework of the IMP UB RAS youth project No. 22-13/mol.

The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Stepchenkov A.K., Makarov A.V., Volkova E.G., Estemirova S.Kh., Kharanzhevskiy E.V. The influence of tungsten carbide and boride additives on the structure and microhardness of CrFeNi equiatomic coating formed by short-pulse laser cladding. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 83–94. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-8.

## Цифровые измерения неметаллических включений в стали

© 2024

*Стукалова Наталья Анатольевна*<sup>1,3</sup>, аспирант  
*Кодиров Давронжон Фарходжон угли*<sup>\*1,4</sup>, аспирант  
*Алексеев Валерий Игоревич*<sup>1</sup>, аспирант

*Соколовская Элина Александровна*<sup>1,5</sup>, кандидат технических наук, доцент,  
доцент кафедры металловедения и физики прочности

*Родионова Ирина Гавриловна*<sup>2,6</sup>, доктор технических наук, доцент,  
заместитель директора научного центра физико-химических основ и технологий металлургии

<sup>1</sup> Университет науки и технологий МИСИС, Москва (Россия)

<sup>2</sup> ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», Москва (Россия)

\*E-mail: DFKodirov@yandex.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-3455-4457>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-5380-5558>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9381-9223>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4201-4665>

Поступила в редакцию 19.07.2023

Принята к публикации 13.11.2023

**Аннотация:** Опыт многолетних исследований показал, что существенно повысить коррозионную стойкость сталей нефтепромысловых трубопроводов и увеличить сроки их безаварийной эксплуатации можно, оптимизируя химический состав и микроструктурные особенности стали, а также понижая ее загрязненность неметаллическими включениями (НВ). Влияние комплексных НВ на коррозионную стойкость стали обусловлено как химическим составом НВ, так и их количественным соотношением. Поэтому получение металлопродукции требуемого качества возможно только с применением принципа «управления по структуре». В работе на основе анализа полей яркости изображений (в масштабе образцов) в 256 оттенках серого предложены цифровые метрологически обеспеченные процедуры измерения неоднородности НВ низкоуглеродистых сталей нефтепромыслового назначения, такие как устранение неоднородности освещения поля зрения, обоснование критериев бинаризации и фильтрации шумов. Для низкоуглеродистых сталей различной выплавки выявлена ключевая роль дисперсных неметаллических включений размером от 5–10 мкм<sup>2</sup> до 2 нм<sup>2</sup> в формировании коррозионной стойкости сталей. Это может объяснить, почему в ряде случаев отсутствует взаимосвязь между скоростью коррозии и сопротивлением сталей разрушению, в формировании которого определяющее влияние оказывают частицы большего размера. В представлении НВ как множества случайных точек на плоскости распределение расстояний между ближайшими из них оценено на основе статистики полиэдров Вороного. Показано, что повышению коэффициента эксцесса распределений площадей полиэдров сопутствует увеличение скорости коррозии исследуемых сталей. Это указывает на отрицательное влияние неоднородности в размещении дисперсных НВ на коррозионную стойкость сталей.

**Ключевые слова:** цифровые измерения структур; управление качеством по структуре; неметаллические включения в стали; коррозионная стойкость нефтепромысловых труб.

**Благодарности:** Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Стукалова Н.А., Кодиров Д.Ф., Алексеев В.И., Соколовская Э.А., Родионова И.Г. Цифровые измерения неметаллических включений в стали // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 95–103. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-9.

### ВВЕДЕНИЕ

Получение высококачественной стали возможно только при контроле присутствующих в ней неметаллических включений (НВ), которые являются неизбежным продуктом технологического процесса [1; 2]. Размер включений в стали зависит от их происхождения и может варьироваться от 0,01 мкм до 10 мм. Из-за малой объемной доли НВ в первую очередь влияют на процессы разрушения, но каждая размерная группа по-своему [1]. Видимые невооруженным глазом крупные включения способствуют образованию очагов разрушения или коррозии. Включения небольших размеров (менее 1 мм) могут приводить к образованию очагов усталостного разрушения. Дисперсные включения могут сказаться на

пластических свойствах и склонности к росту зерна аустенита [3]. Качество металла определяется не только объемной долей и размерами НВ, но и их формой и неоднородностью расположения. В свою очередь, анализ химического и фазового состава НВ позволяет диагностировать их происхождение для дальнейшего устранения негативного воздействия. В работах [4–6] отражены особенности влияния размера, формы и типа включений на механические свойства конструкционных сталей. Загрязненность НВ является одной из основных причин быстрого выхода из строя труб нефтяного сортамента [7]. Коррозионная активность комплексных НВ, присутствующих в современных сталях, зависит от их химического и фазового состава, оптимизацией которого можно предупредить отрицательное влияние НВ

на коррозионную стойкость сталей в условиях эксплуатации нефтепромысловых трубопроводов [8].

В связи с существенным влиянием НВ на свойства стали, для их анализа используют различные методы. Для изучения химического состава единичных НВ применяют растровую электронную микроскопию с возможностью проведения рентгеноспектрального микроанализа. Для определения размера и формы включений, а также оценки расстояния между ними применяют метод экстремальных значений, Spark-DAT, термодинамические расчеты и др. [9–11]. Однако наиболее распространена ранжировка структур на основе сравнения их изображений, полученных методами световой микроскопии, с эталонными шкалами. У эталонных шкал ГОСТ 1778, 5639 и 3443 эмпирическая природа, это трудно формализуемый комплексный показатель. Статистическая природа изображений «балльных» структур часто не принимается во внимание, отсюда трудности в определении однозначного соответствия между «баллами» ГОСТ и количественными характеристиками элементов геометрии их изображений. Цифровизация делает возможным быстрые документированные измерения структур, что позволяет собрать статистику измерений и сформулировать на ее основе рекомендации по управлению качеством продукции [12].

Благодаря цифровизации стало доступным обеспечение массовости измерений и получение статистических оценок геометрических параметров элементов структур, что ранее было трудновыполнимо в связи с большим объемом ручной работы. Получаемый представительный объем результатов измерений позволяет оценить влияние неоднородности структур на свойства сталей с учетом их разномасштабности. Оценка вариации загрязненности стали 38ХНЗМФА (из крупных поковок) НВ показала, что масштаб наблюдения имеет большое значение и влияет на воспроизводимость результатов измерений геометрии НВ [13].

Одним из важных этапов количественного анализа является сегментация, т. е. разделение изображения на составляющие его области или объекты. Сегментация изображений, не являющихся тривиальными, представляет собой одну из самых сложных задач обработки изображений. Большинство существующих алгоритмов сегментации изображений основываются на одном из двух базовых свойств сигнала яркости: разрывности и однородности. В первом случае подход состоит в разбиении изображения на основании резких изменений сигнала, таких как перепады яркости на изображении. Вторая категория методов использует разбиение изображения на области, однородные в смысле заранее выбранных критериев. Примером таких методов может служить пороговая обработка (бинаризация) [14]. В существующих на сегодняшний день стандартах (ASTM E45–18a и DIN EN 10247:2017-09) для количественной оценки НВ в качестве метода бинаризации рекомендуется применять метод мерцания (фликер-метод), однако он является ручным и, как следствие, субъективным. В свою очередь, в большинство анализаторов изображений встроены глобальные методы. Применение глобальных методов бинаризации при обработке панорам изображений НВ может привести к искажению бинарного изображения. Причинами этого являются маленький размер и количество изучаемых объектов, а также особенность автоматиче-

ской «сшивки» панорам изображений, которая приводит к неоднородности освещенности. Поэтому остается актуальной разработка таких методов бинаризации, которые являются физически обоснованными и позволяют объективно выделять информативные объекты на изображениях структур.

Практика разработки цифровых процедур измерений структур и изломов показывает, что учет физических закономерностей формирования поля яркости их изображений при установлении критериев бинаризации и фильтрации, обоснованный выбор представительных объемов объекта измерений с учетом их статистической природы могут обеспечить фактически единственную траекторию подготовки изображений для последующего их измерения. Следовательно, от полученных в различных лабораториях на одних и тех же шлифов измерений геометрии элементов структуры можно не ждать существенных различий [15]. Очевидно, что цифровая металлография с использованием анализаторов изображений, прошедших межлабораторные круговые сличения, существенно упростит прямо-сдаточные испытания между поставщиком и потребителем металлопродукции [16].

Цель исследования – отработка методики количественного анализа неметаллических включений в масштабах шлифа для выявления закономерностей их влияния на коррозионную стойкость металла нефтепромысловых труб.

#### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектами исследования выступали листы из 5 низкоуглеродистых сталей различной выплавки. Листы получены по штатной технологии, назначение – нефтепромысловые трубы. Химический состав изучаемых сталей представлен в таблице 1.

Химический состав сталей определялся на автоматическом анализаторе OBLF QSN 750 и соответствовал требованиям нормативных документов. Микроструктура изучалась на продольных образцах, вырезанных из листов в состоянии поставки. Вырезанные образцы подвергались горячей запрессовке в смоле на автоматическом электрогидравлическом прессе CitoPress-5. Шлифование и полирование проводились на станке AutoMet 250 Buehler. Для металлографического исследования структуры использовали оптический микроскоп Axio Observer D1m Carl Zeiss.

Для оценки загрязненности стали НВ в нашем исследовании были получены панорамы в масштабах шлифа (изучаемая площадь для всех образцов была не менее 170 мм<sup>2</sup>). Панорамы изображений неметаллических включений получены на нетравленных металлографических шлифах при помощи программного обеспечения Thixomet при увеличении  $\times 50$ . Определение химического состава комплексных НВ осуществлялось на сканирующем электронном микроскопе JSM-6610LV при увеличении  $\times 500$  (анализируемая площадь составила не менее 3,5 мм<sup>2</sup> в масштабе образца). Исследования наноразмерных выделений карбидных (карбонитридных) избыточных фаз проводили методами просвечивающей электронной микроскопии на JEM-200CX.

Испытания на растяжение для определения прочностных и пластических характеристик проводились в соответствии с ГОСТ 1497-84. Электрохимические

Таблица 1. Химический состав исследуемых сталей  
Table 1. Chemical composition of the steels under study

Сталь	Содержание элемента, массовая доля, %										
	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo	V	Nb	N
1	0,052	0,466	0,150	0,002	0,005	0,054	0,091	0,009	0,099	0,002	0,022
2	0,054	0,653	0,214	0,001	0,005	0,067	0,104	0,009	0,044	0,024	0,007
3	0,049	1,090	0,248	0,001	0,005	0,244	0,076	0,095	0,002	0,033	0,008
4	0,049	0,920	0,230	0,001	0,004	0,651	0,071	0,008	0,004	0,040	0,007
5	0,044	0,635	0,258	0,001	0,003	0,538	0,070	0,009	0,044	0,025	0,007

исследования для определения коррозионных характеристик и последующие расчеты проводили в соответствии со стандартами ASTM G3, G5, G59, G102, ISO 17475:2005 и ГОСТ 9.912-89.

Обработка панорам изображений проводилась в подготовленном программном обеспечении на языке C#. Цветное изображение переводилось в оттенки серого (от 0 до 255) по формуле:

$$I=0,299 \cdot R+0,587 \cdot G+0,114 \cdot B,$$

где  $R$ ,  $G$  и  $B$  – значение интенсивности красного, зеленого и синего цвета соответственно [17].

Для обработки панорам изображений разработан комплексный алгоритм, включающий в себя устранение неоднородности освещенности различной природы и последующий анализ поля яркости для определения порога бинаризации. Неоднородность освещенности устранялась при помощи метода, основанного на вычитании поверхности 1-й или 2-й степени из исходного 3D-распределения интенсивностей яркости изображения. Алгоритм бинаризации включал в себя построение гистограмм распределения интенсивностей пикселей полутонового изображения  $f(x,y)$ . Темные объекты на светлом фоне выделяли, определяя величину порога  $T$ , разграничивающего моды распределения яркостей. Любую точку на изображении с координатами  $x_i$  и  $y_i$ , в которой  $f(x_i,y_i) > T$ , называли фоном, точки с меньшей яркостью – объектом. Расчет геометрических параметров проводился по принципу четырехсвязности, граничные объекты не учитывались.

Рассчитывались следующие параметры НВ: плотность, объемная доля и средняя площадь, а также коэффициенты асимметрии и эксцесса распределения площадей. Для установления порогового значения «объект – шум» опирались на параметры применяемого оборудования и природу объекта. С этой целью, в частности, порог фильтрации варьировали, последовательно удаляя из первичного изображения включения площадью менее 5, 10, 25, 50, 75 и 100 мкм<sup>2</sup> соответственно. Для оценки неоднородности размещения НВ было предложено построение полиэдров Вороного [18], основанное на методе серединных перпендикуляров. После построения полиэдров и определения ближайших соседей бы-

ли рассчитаны расстояния между центрами объектов (НВ), площади полиэдров и количество их ближайших соседей, а также коэффициенты эксцесса и асимметрии распределений полученных значений.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Вариация порогового фильтра привела к следующим изменениям значений параметров геометрии НВ: естественному уменьшению величины плотности и объемной доли частиц, увеличению средних значений их площади у пяти исследуемых сталей (рис. 1). Выявлено, что при высоких значениях фильтра нивелируется различие в плотности НВ исследуемых образцов. Различие плотности крупных включений (от 100 мкм<sup>2</sup> и выше) для всех образцов было минимально – 29 шт/мм<sup>2</sup>, а для всех включений (без фильтрации) – 218 шт/мм<sup>2</sup>.

Полученные результаты количественного анализа НВ были сопоставлены со сдаточными свойствами сталей. Результаты испытаний на растяжение и коррозионную стойкость представлены в таблице 2.

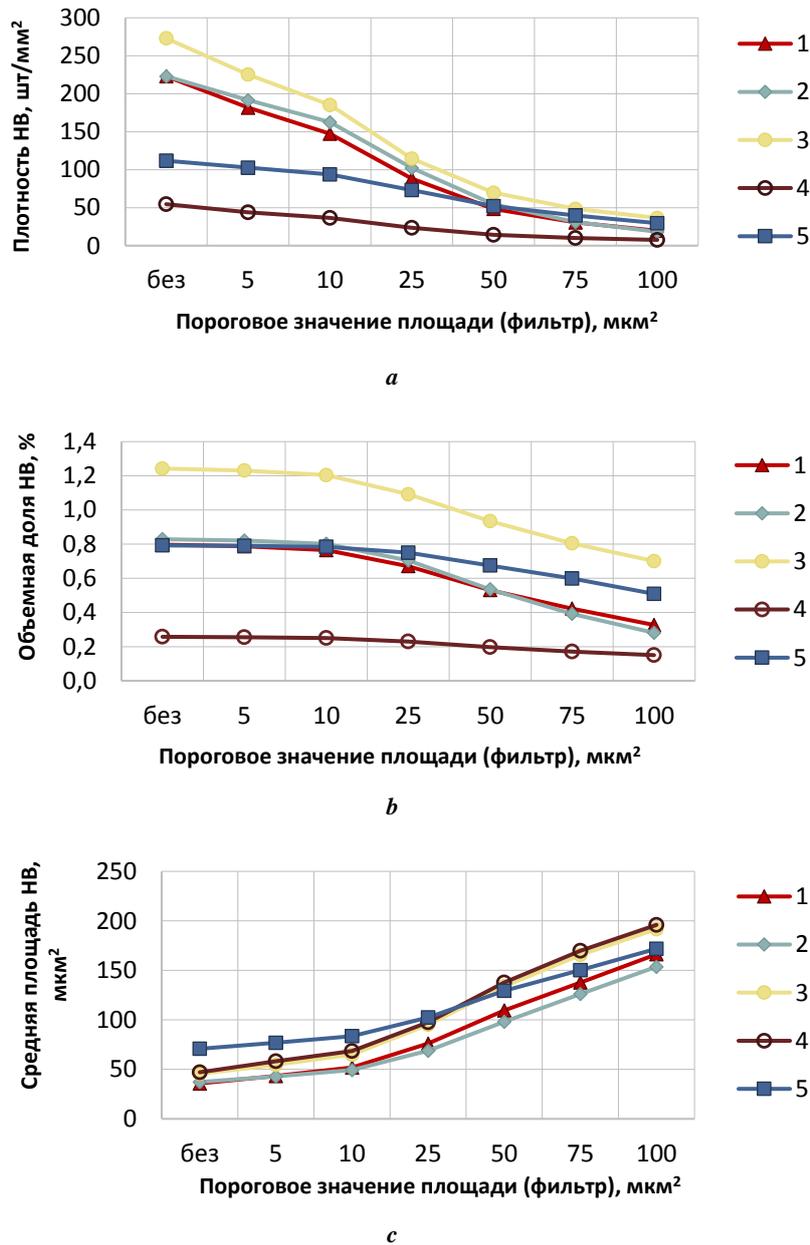
Изучаемые листы соответствовали классу прочности K52 и K55, разброс прочностных и пластических параметров был незначительный, однако коррозионная стойкость образцов отличалась в 3 раза. На рис. 2 представлено соотношение плотности НВ и коррозионной стойкости исследуемых сталей с учетом различного уровня фильтрации шумов.

На рис. 3 представлены зависимости параметров полиэдров Вороного от значений коррозионной стойкости исследуемых образцов, из которых следует, что данные характеристики значимо коррелируют между собой.

У сталей 4 и 5 наименьшая плотность и более однородное размещение НВ и, как следствие, наилучшие показатели коррозионной стойкости. В свою очередь, у сталей 1, 2 и 3 статистика полиэдров Вороного не отличается, но у сталей 2 и 3 выявлена корреляция с плотностью НВ. Для стали 1 значимой связи между плотностью НВ и коррозионной стойкостью обнаружено не было.

Результаты количественной оценки и химического состава НВ методом сканирующей микроскопии представлены в таблице 3.

На рис. 4 представлены изображения наноразмерных частиц, полученные при помощи просвечивающей микроскопии.



**Рис. 1.** Статистические параметры НВ изучаемых сталей при разных уровнях фильтрации:  
 а – плотность; б – объемная доля; в – средняя площадь  
**Fig. 1.** Statistical parameters of NMIs of the steels under study at different filtration levels:  
 а – density; б – volume fraction; в – average area

**Таблица 2.** Механические и коррозионные свойства исследуемых сталей  
**Table 2.** Mechanical and corrosive properties of the steels under study

Сталь	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %	Скорость коррозии, мм/год
1	441,0	510,9	24,9	1,67
2	413,8	504,4	25,9	1,35
3	469,8	547,4	21,5	1,57
4	454,0	556,2	21,5	0,59
5	445,7	524,7	26,3	0,75

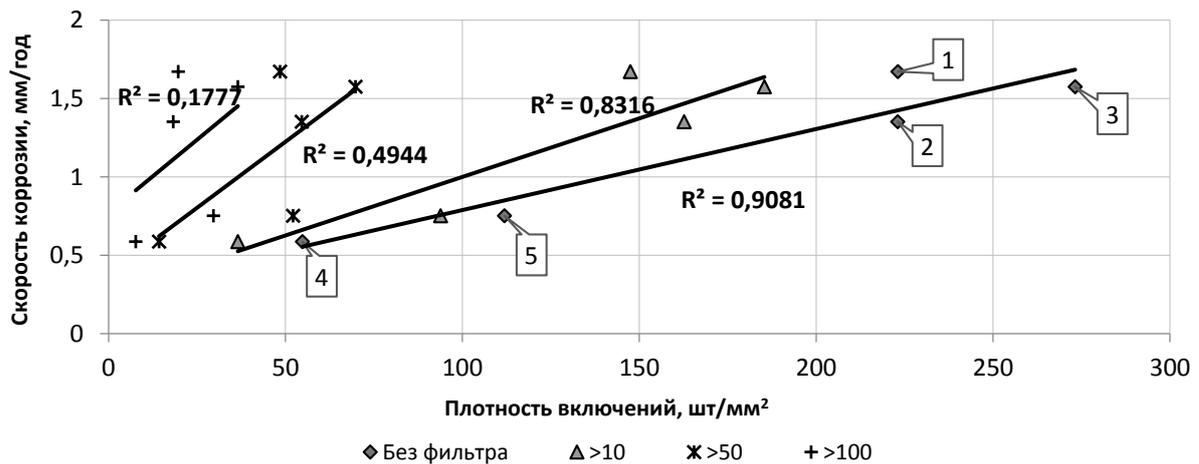


Рис. 2. Соотношение плотности НВ и скорости коррозии в исследуемых сталях при вариации уровня фильтрации включений (по величине их площади)

Fig. 2. Correlation of NMI density and corrosion rate in the steels under study when varying the inclusion filtration level (by their area)

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Изменение характеристик загрязненности сталей включениями при повышении порога фильтрации (рис. 1) связано с удалением мелких объектов, количество которых преобладает над крупными. На рис. 2 показано, что наибольшая сила связи коррозионной стойкости и плотности НВ (коэффициент корреляции 0,95) наблюдается при отсутствии фильтрации. Увеличение порога фильтрации и сопутствующее этому отсеивание мелких включений приводит к снижению коэффициента корреляции. Это свидетельствует о том, что главным образом на коррозионную стойкость влияют мелкие включения ( $<10 \text{ мкм}^2$ ). Данный факт следует учитывать при фильтрации «шум – объект», так как неправильный выбор порога может привести к потере существенной части информации. Несмотря на то что объемная доля мелких НВ небольшая, они имеют большую плотность по сравнению с крупными. В связи с этим повышается вероятность того, что мелкие включения будут образовывать кластеры, что, в свою очередь, будет способствовать снижению коррозионной стойкости сталей.

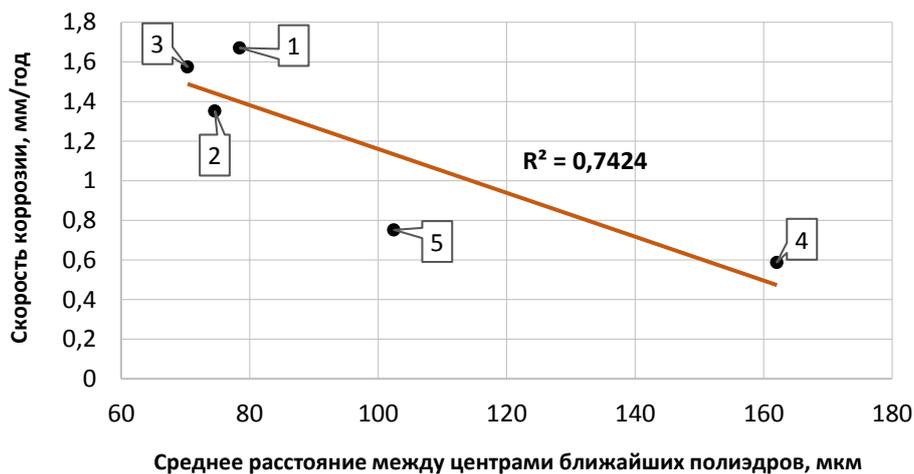
Не исключено, что отсутствие значимой связи между плотностью НВ и коррозионной стойкостью для стали 1 может быть связано с химическим составом включений и выделением наноразмерных частиц. Поэтому дальнейший анализ загрязненности сталей НВ проводился при помощи сканирующей и просвечивающей микроскопии. Микроанализ включений с использованием СЭМ показал, что, в отличие от других исследуемых сталей, сталь 1 отличается высокой плотностью комплексных НВ на основе алюмомагниевого шпинели и высоким значением соотношения  $\text{Al}/(\text{Mg}+\text{Ca})$ . Известно [19], что при увеличении доли фазы  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в комплексном НВ повышается склонность к появлению микроразрушений вокруг НВ, что приводит к снижению коррозионной стойкости стали. В свою очередь, модифицирование стали кальцием позволяет придать глобулярную форму такого рода включениям и тем самым понизить их негативное влияние [20].

Просвечивающая электронная микроскопия показала, что в стали 1 присутствует большое количество наноразмерных частиц карбонитридов. Принадлежность частиц к тому или иному типу оценивалась по характеру взаиморасположения частиц, наличию регулярного ориентационного соответствия между частицами и ферритной матрицей, а также по форме рефлексов от частиц на микродифракционных картинах. Наночастицы были обнаружены практически во всех проверенных на их наличие участках образца. Наблюдались частицы всех известных типов, больше всего – частиц межфазного/смешанного типа, их объемная плотность высока (рис. 4). Таким образом, наличие в стали 1 наночастиц иной природы (чем в сталях 2–5) и определило отклонение от найденных общих закономерностей, отражающих взаимосвязь плотности НВ и коррозионной стойкости.

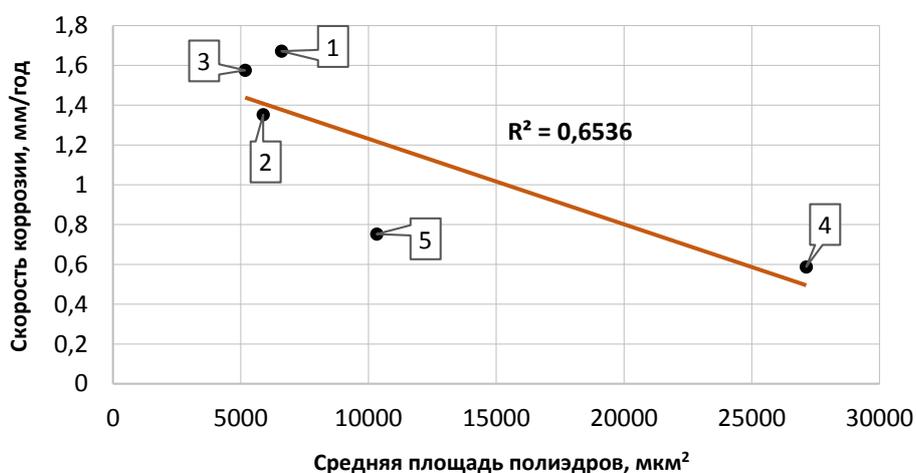
Результаты работы показали важность комплексного подхода к изучению морфологии неметаллических включений, что предусматривает сочетание физически обоснованного алгоритма обработки изображений для получения представлений о геометрии включений и закономерностях их размещения в объеме металла с анализом их состава средствами просвечивающей и сканирующей микроскопии, в т. ч. в субмикроскопическом и наноразмерном масштабах наблюдения. Это оказалось существенным для понимания различий в стойкости к коррозии нефтепромысловых сталей.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

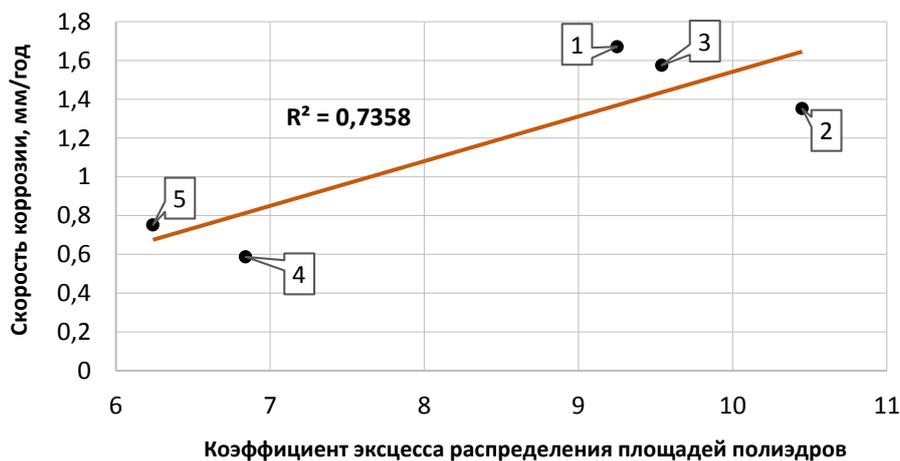
1. Предложена методика обработки панорамных изображений НВ (на металлографическом шлифе), основанная на анализе закономерностей их полей яркости (в 256 оттенках серого) с целью составления обоснованных алгоритмов выравнивания освещенности и бинаризации изображений, что необходимо для получения метрологически обеспеченных результатов. Показана важность обоснования выбора порога фильтрации



a



b



c

**Рис. 3.** Соотношение результатов определения геометрии НВ (по статистике полиэдров Вороного) и скорости коррозии:  
*a* – среднее расстояние между центрами; *b* – средняя площадь полиэдров;  
*c* – коэффициент эксцесса распределения площадей полиэдров  
**Fig. 3.** Correlation of the results of determining the NMI geometry (according to the Voronoi polyhedra statistics) and the corrosion rate:  
*a* – average distance between centers; *b* – average area of polyhedra;  
*c* – kurtosis coefficient of the distribution of polyhedra areas

Таблица 3. Результаты анализа НВ методом сканирующей микроскопии  
 Table 3. The results of NMI analysis using scanning microscopy

Сталь	Площадь анализируемой поверхности шлифа, мм <sup>2</sup>	Плотность НВ, шт/мм <sup>2</sup>	Среднее содержание химического элемента во включениях, мас. %				Al/(Mg+Ca)
			Mg	Al	S	Ca	
1	3,79	51	3,75	10,60	2,95	6,04	1,18
2	4,54	37	6,73	6,95	2,73	7,14	0,53
3	3,57	48	3,40	3,11	1,32	8,38	0,32
4	3,90	35	4,03	7,92	5,48	4,60	0,97
5	3,82	43	4,17	3,00	3,11	9,19	0,35

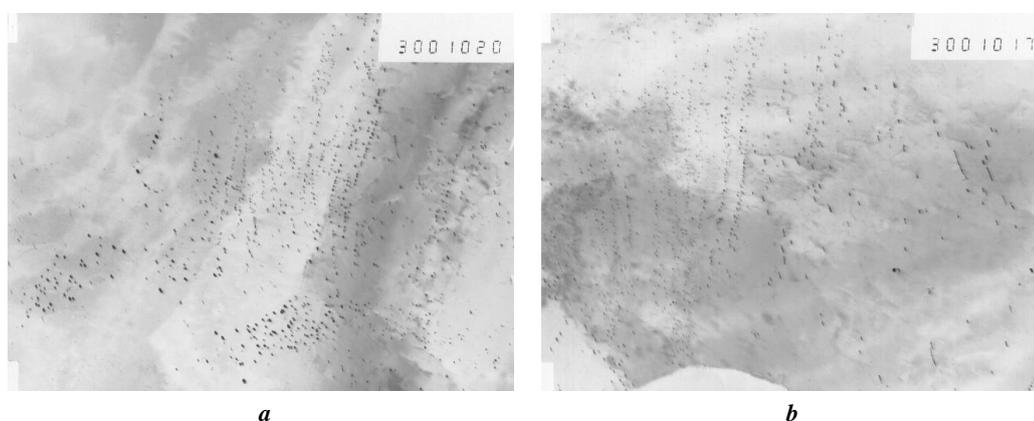


Рис. 4. Наноразмерные частицы карбонитридов в стали 1:  
 а – сформировавшиеся по межфазному механизму; б – образовавшиеся в феррите  
 Fig. 4. Nanosize particles of carbonitrides in the steel 1:  
 а – formed according to the interphase mechanism; б – formed in ferrite

объектов шумовой природы для получения значимых результатов

2. Показана эффективность применения статистики полиэдров Вороного для оценки неоднородности размещения НВ, которая включает в себя получение статистических оценок вида распределения значений параметров.

3. Из сопоставления результатов коррозионных испытаний и количественной оценки НВ образцов исследуемых сталей обнаружено влияние плотности, значений коэффициента эксцесса распределения площадей полиэдров, среднего расстояния между центрами включений (в диапазоне размеров от 2 нм<sup>2</sup> до 10 мкм<sup>2</sup>) на стойкость к коррозии. Коэффициенты детерминации линейных зависимостей составили 0,91, 0,74 и 0,74 соответственно. При этом влияния включений на сопротивление разрушению не выявлено, что можно объяснить отсутствием различий в загрязненности сталей НВ большего размера, играющими определяющую роль в разрушении.

4. Методами СЭМ выявлен состав НВ – преимущественно алюмомагнетитовая шпинель; методами ПЭМ – наличие большого количества наноразмерных частиц, оказывающих существенное влияние на развитие скорости коррозии исследуемых сталей.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Штремель М.А. Проблемы металлургического качества стали (неметаллические включения) // Металловедение и термическая обработка металлов. 1980. № 8. С. 2–6.
2. Гуляев А.П. Чистая сталь. М.: Металлургия, 1975. 184 с.
3. Виноград М.И. Включения в стали и ее свойства. М.: Металлургиздат, 1963. 252 с.
4. Zerst U., Madia M., Klinger C., Bettge D., Murakami Y. Defects as a root cause of fatigue failure of metallic components. II: Non-metallic inclusions // Engineering Failure Analysis. 2019. Vol. 98. P. 228–239. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2019.01.054](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.01.054).
5. Liu Hanze, Zhang Shikun, Zhang Jing, Ren Qiang, Zhang Lifeng, Ge Yanfeng. Properties of typical non-metallic inclusions in steel: First-principles calculations // Materials Today Communications. 2023. Vol. 34. Article number 105118. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2022.105118](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105118).
6. Costa e Silva A. The effects of non-metallic inclusions on properties relevant to the performance of steel in structural and mechanical applications // Journal of Materials Research and Technology. 2019. Vol. 8. № 2. P. 2408–2422. DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.01.009](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.01.009).

7. Выбойщик М.А., Иоффе А.В. Научные основы разработки и методология создания сталей для производства нефтепромысловых труб повышенной прочности и коррозионной стойкости // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2019. № 1. С. 13–20. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-1-13-20](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-1-13-20).
8. Амежнов А.В., Родионова И.Г. Влияние химического и фазового состава неметаллических включений на коррозионную стойкость углеродистых и низколегированных сталей в водных средах, характерных для условий эксплуатации нефтепромысловых трубопроводов // Metallurg. 2019. № 7. С. 45–52. EDN: [PEQWNK](https://www.edn.ru/PEQWNK/).
9. Казаков А.А., Мurysev В.А., Киселев Д.В. Интерпретация природы неметаллических включений при оценке качества металлопродукции в условиях заводской практики // Черные металлы. 2021. № 9. С. 47–54. DOI: [10.17580/chm.2021.09.08](https://doi.org/10.17580/chm.2021.09.08).
10. Passigatti S.T.P., de Oliveira M.S., de Oliveira J.R., de Souza R.M., Vieira E.A. On the comparative inclusion analysis in steels: Spark-DAT, ASCAT and optical microscopy // Journal of Materials Research and Technology. 2022. Vol. 19. P. 4745–4755. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.06.155](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.155).
11. Barbosa C., de Campos J.B., do Nascimento J.L., Caminha I.M.V. Quantitative study on nonmetallic inclusion particles in steels by automatic image analysis with extreme values method // Journal of Iron and Steel Research International. 2009. Vol. 16. P. 18–21. DOI: [10.1016/S1006-706X\(09\)60054-6](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(09)60054-6).
12. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Кодиров Д.Ф. Об учете статистической природы объектов при анализе структур в металловедении // Электрометаллургия. 2020. № 7. С. 22–27. EDN: [DTRDTP](https://www.edn.ru/DTRDTP/).
13. Кудря А.В., Соколовская Э.А., Пережогин В.Ю., Ха Н.Н. Некоторые практические соображения, связанные с компьютерными процедурами обработки изображений в металловедении // Вектор науки Тольяттинского государственного университета. 2019. № 4. С. 35–44. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-4-35-44](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-4-35-44).
14. Гонсалес Р.С., Вудс Р.Е. Цифровая обработка изображений. М.: Техносфера, 2012. 1104 с.
15. Соколовская Э.А., Кудря А.В., Пережогин В.Ю., Танг В.Ф., Кодиров Д.Ф.У., Сергеев М.И. Возможности цифровизации измерений в металловедении для внесения в оценку структур и разрушения количественной меры // Metallurg. 2022. № 7. С. 48–57. DOI: [10.52351/00260827\\_2022\\_07\\_48](https://doi.org/10.52351/00260827_2022_07_48).
16. Казаков А.А., Киселев Д.В., Казакова Е.И. Количественные методы оценки микроструктуры стали и сплавов для пересмотра устаревших ГОСТ // Литье и металлургия. 2021. № 2. С. 42–48. DOI: [10.21122/1683-6065-2021-2-42-48](https://doi.org/10.21122/1683-6065-2021-2-42-48).
17. McHugh S.T. Understanding Photography. Master Your Digital Camera and Capture That Perfect. San Francisco: No Starch Press, 2018. 240 p.
18. Voronoi G.F. Nouvelles applications des paramètres continus à la théorie de formes quadratiques // Journal für die reine und angewandte Mathematik. 2009. Vol. 1908. № 134. P. 198–287. DOI: [10.1515/crll.1908.134.198](https://doi.org/10.1515/crll.1908.134.198).
19. Jo Sung-Koo, Kim Seon-Hyo, Song Bo. Thermodynamics on the Formation of Spinel (MgO×Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Inclusion in Liquid Iron Containing Chromium // Metallurgical and Materials Transactions B. 2002. Vol. 33. P. 703–709. DOI: [10.1007/s11663-002-0023-4](https://doi.org/10.1007/s11663-002-0023-4).
20. Osio A.S., Liu S., Olson D.L. The effect of solidification on the formation and growth of inclusions in low carbon steel welds // Material Science and Engineering A. 1996. Vol. 221. № 1-2. P. 122–133. DOI: [10.1016/S0921-5093\(96\)10466-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10466-4).

## REFERENCES

1. Shtremel M.A. The issues of metallurgical quality of steel (non-metallic inclusions). *Metal Science and Heat Treatment*, 1980, no. 8, C. 2–6.
2. Gulyaev A.P. *Chistaya stal* [Pure steel]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1975. 184 p.
3. Vinograd M.I. *Vklyucheniya v stali i ee svoystva* [Steel inclusions and its properties]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 1963. 252 p.
4. Zerst U., Madia M., Klinger C., Bettge D., Murakami Y. Defects as a root cause of fatigue failure of metallic components. II: Non-metallic inclusions. *Engineering Failure Analysis*, 2019, vol. 98, C. 228–239. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2019.01.054](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2019.01.054).
5. Liu Hanze, Zhang Shikun, Zhang Jing, Ren Qiang, Zhang Lifeng, Ge Yanfeng. Properties of typical non-metallic inclusions in steel: First-principles calculations. *Materials Today Communications*, 2023, vol. 34, article number 105118. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2022.105118](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105118).
6. Costa e Silva A. The effects of non-metallic inclusions on properties relevant to the performance of steel in structural and mechanical applications. *Journal of Materials Research and Technology*, 2019, vol. 8, no. 2, C. 2408–2422. DOI: [10.1016/j.jmrt.2019.01.009](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.01.009).
7. Vyboyschik M.A., Ioffe A.V. Scientific basis of development and the methodology of creation of steels for the production of oilfield casing and tubular goods with the increased strength and corrosion resistance. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2019, no. 1, C. 13–20. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-1-13-20](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-1-13-20).
8. Amezhnov A.V., Rodionova I.G. Influence of chemical and phase composition of non-metallic inclusions on corrosion resistance of carbon and low alloy steels in water mediums typical for oilfield pipelines operating conditions. *Metallurgist*, 2019, vol. 63, no. 7-8, pp. 717–726. EDN: [KBDKLV](https://www.edn.ru/KBDKLV/).
9. Kazakov A.A., Murysev V.A., Kiselev D.V. Interpretation of nature of non-metallic inclusions in assessing the quality of metal products in the industrial conditions. *Chernye metally*, 2021, no. 9, C. 47–54. DOI: [10.17580/chm.2021.09.08](https://doi.org/10.17580/chm.2021.09.08).
10. Passigatti S.T.P., de Oliveira M.S., de Oliveira J.R., de Souza R.M., Vieira E.A. On the comparative inclusion analysis in steels: Spark-DAT, ASCAT and optical microscopy. *Journal of Materials Research and Technology*, 2022, vol. 19, C. 4745–4755. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.06.155](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.155).
11. Barbosa C., de Campos J.B., do Nascimento J.L., Caminha I.M.V. Quantitative study on nonmetallic inclusion particles in steels by automatic image analysis with extreme values method. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2009, vol. 16, C. 18–21. DOI: [10.1016/S1006-706X\(09\)60054-6](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(09)60054-6).
12. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Perezhogin V.Yu., Kodirov D.F. On taking into account the statistical nature of

- objects in structural analysis in metals science. *Russian metallurgy (Metally)*, 2020, vol. 2020, no. 12, pp. 1435–1438. DOI: [10.1134/S0036029520120149](https://doi.org/10.1134/S0036029520120149).
13. Kudrya A.V., Sokolovskaya E.A., Perezhogin V.Yu., Kha N.N. Some practical concerns related to computer procedures of processing images in material science. *Vektor nauki Tolyattinskogo gosudarstvennogo universiteta*, 2019, no. 4, C. 35–44. DOI: [10.18323/2073-5073-2019-4-35-44](https://doi.org/10.18323/2073-5073-2019-4-35-44).
  14. Gonsales R.S., Vuds R.E. *Tsifrovaya obrabotka izobrazheniy* [Digital Image Processing]. Moscow, Tekhnosfera Publ., 2012. 1104 p.
  15. Sokolovskaya E.A., Kudrya A.V., Perezhogin V.Yu., Tang V.P., Kodirov D.F.U., Sergeev M.I. Possibilities of measurement digitalization in metal science for the introduction of quantitative measurement to the evaluation of structures and fractures. *Metallurgist*, 2022, vol. 66, no. 7, C. 792–804. DOI: [10.1007/s11015-022-01390-3](https://doi.org/10.1007/s11015-022-01390-3).
  16. Kazakov A.A., Kiselev D.V., Kazakova E.I. Quantitative methods for assessing the microstructure of steel and alloys for revising outdated GOST standards. *Lite i metallurgiya*, 2021, no. 2, C. 42–48. DOI: [10.21122/1683-6065-2021-2-42-48](https://doi.org/10.21122/1683-6065-2021-2-42-48).
  17. McHugh S.T. *Understanding Photography. Master Your Digital Camera and Capture That Perfect*. San Francisco, No Starch Press Publ., 2018. 240 p.
  18. Voronoi G.F. Nouvelles applications des paramètres continus à la théorie de formes quadratiques. *Journal für die reine und angewandte Mathematik*, 2009, vol. 1908, no. 134, C. 198–287. DOI: [10.1515/crll.1908.134.198](https://doi.org/10.1515/crll.1908.134.198).
  19. Jo Sung-Koo, Kim Seon-Hyo, Song Bo. Thermodynamics on the Formation of Spinel ( $MgO \times Al_2O_3$ ). Inclusion in Liquid Iron Containing Chromium. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2002, vol. 33, C. 703–709. DOI: [10.1007/s11663-002-0023-4](https://doi.org/10.1007/s11663-002-0023-4).
  20. Osio A.S., Liu S., Olson D.L. The effect of solidification on the formation and growth of inclusions in low carbon steel welds. *Material Science and Engineering A*, 1996, vol. 221, no. 1-2, C. 122–133. DOI: [10.1016/S0921-5093\(96\)10466-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10466-4).

## Digital measurements of non-metallic inclusions in steel

© 2024

Natalia A. Stukalova<sup>1,3</sup>, postgraduate student  
 Davronjon F. Kodirov<sup>\*1,4</sup>, postgraduate student  
 Valeriy I. Alekseev<sup>1</sup>, postgraduate student

Elina A. Sokolovskaya<sup>1,5</sup>, PhD (Engineering), Associate Professor,  
 assistant professor of Chair of Metal Science and Physics of Strength

Irina G. Rodionova<sup>2,6</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor,

Deputy Director of the Scientific Center for Physical and Chemical Fundamentals and Technologies of Metallurgy

<sup>1</sup>University of Science and Technology MISIS, Moscow (Russia)

<sup>2</sup>State Research Center FSUE I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy, Moscow (Russia)

\*E-mail: [DFKodirov@yandex.ru](mailto:DFKodirov@yandex.ru)

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0007-3455-4457>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0003-5380-5558>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9381-9223>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4201-4665>

Received 19.07.2023

Accepted 13.11.2023

**Abstract:** The experience of many-year research has shown that optimizing the steel chemical composition and microstructural characteristics, as well as reducing its contamination with non-metallic inclusions (NMI), it is possible to significantly increase the corrosion resistance of oilfield pipeline steels and increase the time of their trouble-free operation. The influence of complex NMIs on the steel corrosion resistance is determined by both the chemical composition of NMIs and their quantitative ratios. Therefore, obtaining metal products of the required quality is possible only when using the “control by structure” principle. In the work, based on the analysis of brightness fields of images (on a sample scale) in 256 shades of gray, the authors proposed digital, metrologically supported procedures for measuring the NMI heterogeneity of low-carbon oilfield steels: eliminating the heterogeneity of field illumination, justifying the criteria for binarization and noise filtering. For low-carbon steels of various types of melting, the authors identified the key role of dispersed non-metallic inclusions ranging in size from 5–10  $\mu\text{m}^2$  to 2  $\text{nm}^2$  in the formation of the corrosion resistance of steels. This may explain why, in some cases, there is no interrelation between the corrosion rate and the fracture resistance of steels, the formation of which is determined by larger particles. When representing the NMI as a set of random points on the plane, the distribution of distances between the nearest ones is estimated based on Voronoi polyhedra statistics. The study shows that an increase in the kurtosis coefficient of distributions of polyhedra areas is accompanied by an increase in the corrosion rate of the steels under study. This indicates the negative impact of heterogeneity in the arrangement of dispersed NMIs on the corrosion resistance of steels.

**Keywords:** digital measurements of structures; quality management by structure; non-metallic inclusions in steel; corrosion resistance of oilfield pipes.

**Acknowledgments:** The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Stukalova N.A., Kodirov D.F., Alekseev V.I., Sokolovskaya E.A., Rodionova I.G. Digital measurements of non-metallic inclusions in steel. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 95–103. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-9](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-9).



## Влияние термической обработки на свойства композиционных материалов АМг2–10%ТiС и АМг6–10%ТiС, полученных методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза

© 2024

Шерина Юлия Владимировна\*<sup>1</sup>, аспирант

кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы»

Луц Альфия Расимовна<sup>2</sup>, кандидат технических наук, доцент,

доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы»

Самарский государственный технический университет, Самара (Россия)

\*E-mail: yulya.makhonina.97@inbox.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5451-7107>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7889-9931>

Поступила в редакцию 22.06.2023

Принята к публикации 21.08.2023

**Аннотация:** Дисперсно-упрочненные композиционные материалы относятся к группе перспективных конструкционных материалов, отличающихся разнообразным сочетанием свойств. В работе рассмотрены примеры создания и термической обработки композиционных материалов на основе алюминиевых сплавов, упрочненных дисперсной фазой карбида титана, для которой характерны высокая твердость, модуль упругости и хорошая смачиваемость расплавом. В настоящее время наиболее доступным, недорогим и эффективным способом получения этих материалов является самораспространяющийся высокотемпературный синтез (СВС). Обоснована целесообразность и показан собственный успешный опыт формирования в составе промышленных сплавов АМг2 и АМг6 дисперсной фазы карбида титана с размером частиц от 130 нм в количестве до 10 мас. % методом СВС, что позволяет увеличить твердость сплавов. Проведение после синтеза дополнительного нагрева образцов АМг2–10%ТiС и АМг6–10%ТiС также способствует последующему повышению твердости. Представленный в статье комплекс исследований физических, механических и эксплуатационных характеристик выполнен с целью сравнения свойств матричных сплавов в нагартованном состоянии и образцов композиционных материалов до и после нагрева. Результаты испытаний показали, что проведение термической обработки способствует снижению пористости композитов и значительному повышению их твердости и микротвердости. Наблюдается также незначительное снижение прочности на сжатие при существенном повышении износостойкости. Установлено, что композиционные материалы характеризуются высокой коррозионной стойкостью к углекислотной и сероводородной коррозии, соответствующей уровню матричных сплавов. Полученные результаты позволяют рекомендовать разработанные материалы для изготовления деталей шатунно-поршневой группы, подшипников и других износостойких деталей узлов трения.

**Ключевые слова:** композиционный материал; АМг2–10%ТiС; АМг6–10%ТiС; карбид титана; термическая обработка; самораспространяющийся высокотемпературный синтез.

**Благодарности:** Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

**Для цитирования:** Шерина Ю.В., Луц А.Р. Влияние термической обработки на свойства композиционных материалов АМг2–10%ТiС и АМг6–10%ТiС, полученных методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 1. С. 105–112. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-10.

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из наиболее перспективных способов повышения механических характеристик традиционных алюминиевых сплавов является введение в их состав дисперсных частиц дополнительной фазы, для чего чаще всего используют керамические соединения – оксиды, карбиды, нитриды, бориды и т. д. [1; 2]. Однако в случае алюминиевой матрицы наиболее подходящей для армирования является фаза карбида титана, имеющая максимально близкие к алюминию параметры кристаллической решетки и обладающая высокой твердостью, модулем упругости, низкой плотностью и хорошей смачиваемостью [3; 4]. Наиболее распространенным способом получения таких композиционных материалов является метод механического замешивания частиц в расплав алюминия, однако такой подход ис-

ключает возможность получения фазы карбида титана высокой дисперсности, поскольку вводимые частицы склонны к агломерированию, а также зачастую содержат примесные адсорбированные соединения, которые препятствуют полноценному усвоению частиц в расплаве. В связи с этим наиболее целесообразным вариантом является формирование дисперсных частиц карбида титана непосредственно в расплаве из исходных элементарных порошков титана и углерода или их соединений [5–7].

Данная технология, основанная на методе самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС), разработана и применяется на кафедре «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы» Самарского государственного технического университета. По результатам проведенных исследований уже была показана возможность успешного синтеза композиционных

материалов составов Al–10%TiC, Al–5%Cu–10%TiC, Al–5%Cu–2%Mn–10%TiC и др., отличающихся повышенными механическими характеристиками [8; 9].

Обзор современных публикаций показал устойчивую тенденцию по армированию фазой карбида титана уже давно разработанных и активно применяемых промышленных сплавов [10]. Например, в исследовании [11] в состав алюмоматричного сплава 2014 вводилась легатура Al–10%TiC, что позволило увеличить прочность со 118 до 147 МПа, а твердость – с 61 до 94 НВ. В работе [12] на основе сплава AA 6063 (аналог АД 31) методом СВС были получены гибридно-армированные образцы, включающие 5 об. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и 5 об. % TiC. Затем, поскольку матричный сплав относится к термически упрочняемым, полученный композит подвергли обработке T6 в виде закалки при 530 °С и искусственному старению при 175 °С. Было установлено, что образцы композиционного материала продемонстрировали ускорение в кинетике старения. Для достижения максимальной твердости в 78 НВ после старения им требовалось 2–4 ч, тогда как для неармированного сплава это время составляло 6–8 ч, а твердость материала не превышала 65 НВ. Авторы объясняют наблюдаемое ускоренное старение увеличением плотности дислокаций вблизи дисперсных частиц, что связано с большой разницей в коэффициенте теплового расширения этих частиц и матричного сплава (частицы Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и TiC имеют КТР  $8 \cdot 10^{-6}/\text{K}^{-1}$ , Al –  $23 \cdot 10^{-6}/\text{K}^{-1}$ ), а также ускоренной диффузией растворенных атомов и модифицированием сплава-основы. Очевидно, что присутствие дисперсных частиц дополнительной фазы оказывает влияние на порядок и интенсивность структурных превращений в составе традиционных сплавов. Но, помимо этого, могут возникать и совершенно новые эффекты, нехарактерные для матричных сплавов.

Так, в работе [13] методом механического замешивания был получен композиционный материал на основе сплава AMg1, содержащий 5 мас. % SiC, а затем впервые показана возможность его термического упрочнения. В частности, было выявлено, что проведение закалки при температуре 550 °С и последующее старение при температуре 160 °С приводят к приросту твердости с 770 до 1000 НВ и прочности до 152 МПа, а в комплексе с последующей прокаткой – к увеличению твердости до 1530 НВ и прочности до 236 МПа.

Подобное увеличение прочностных характеристик именно алюминиево-магниевого сплава чрезвычайно актуально, поскольку они широко распространены благодаря своей невысокой стоимости, хорошей деформируемости, коррозионной стойкости и свариваемости, однако они не отличаются прочностью [14]. Рассматриваемые сплавы содержат микродобавки легирующих элементов (Fe, Si, Mn, Ti и др.), которые способствуют твердорастворному упрочнению, но их количество слишком мало, чтобы существенно повысить прочностные характеристики, поэтому сплавы дополнительно упрочняют с помощью пластической деформации. Однако применение наклепа приводит к снижению пластичности, поэтому завершающим этапом после проведения пластической деформации является проведение отжига, во время которого происходит частичное или полное снятие деформационного упрочнения, что приводит к снижению прочности [15; 16].

Ранее были проведены исследования по получению методом СВС композиционных материалов AMg2–10%TiC и AMg6–10%TiC, которые показали, что в обоих случаях наблюдалась активная и быстротечная СВС-реакция, а изломы образцов характеризовались однородным серым цветом без остатков непрореагировавшей шихты [17]. После синтеза, по данным микрорентгеноспектрального и рентгенофазового анализа, в составе композитов присутствовала целевая фаза карбида титана (с размером частиц от 130 нм), а также магний, очевидно, в составе выделяющейся β-фазы (Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>), не зафиксированной ввиду ее малого количества. Измерение твердости показало повышение значений для основы AMg2 с 59,4 до 64,4 НВ, для основы AMg6 – с 83 до 90,9 НВ. Затем образцы подвергались дополнительному нагреву с последующим охлаждением на воздухе. Было установлено, что нагрев при 150 °С и выдержка в течение 2 ч приводят к повышению твердости AMg2–10%TiC до 67,6 НВ, а нагрев при 230 °С и выдержка в течение 3 ч образца AMg6–10%TiC приводят к получению твердости 93 НВ. Посредством фазового анализа образцов в обоих случаях была зафиксирована β-фаза, что говорит о ее дополнительном выделении после проведенного нагрева [17]. Однако, помимо твердости, другие свойства полученных образцов исследованы не были.

Цель работы – изучение и сравнение основных физических, механических и эксплуатационных характеристик композиционных материалов AMg2–10%TiC и AMg6–10%TiC до и после термической обработки.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

С целью сравнения результатов все испытания проводились на матричных сплавах в нагартованном состоянии (AMg2H и AMg6H) и композиционных материалов на их основе. В качестве матрицы для создания расплавов использовались сплавы AMg2 и AMg6 с цифровой маркировкой этих сплавов 1520 и 1560 соответственно по ГОСТ 4784-2019 (таблица 1).

Для получения шихтовой смеси порошки титана (марка ТПП-7, ТУ1715-449-05785388) и углерода (П-701, ГОСТ 7585-86), взятые в стехиометрическом соотношении, смешивали с 5 % от массы шихты соли Na<sub>2</sub>TiF<sub>6</sub> (ГОСТ 10561-80). Полученную композицию делили на 3 равные порции, каждую из которых поочередно вводили в расплавы AMg2 или AMg6, разогретые до температуры 900 °С в графитовом тигле плавильной печи ПС-20/12, проводили синтез и заливали в стальной кокиль. Термическая обработка образцов проводилась в лабораторной камерной печи СНОЛ с рабочей температурой до 1300 °С. Экспериментальное определение плотности образцов осуществлялось путем гидростатического взвешивания по ГОСТ 20018-74. Теоретическая максимально возможная плотность беспористого литейного композита рассчитывалась по формуле

$$\rho_T = \frac{\rho_1 \rho_2}{n \rho_1 + (1 - n) \rho_2},$$

где  $\rho_T$  – плотность теоретическая, кг/м<sup>3</sup>;  
 $\rho_1$  – плотность кристаллического алюминия, кг/м<sup>3</sup>;  
 $\rho_2$  – плотность второй фазы (карбида титана), кг/м<sup>3</sup>;  
 $n$  – массовая доля карбида титана в композите.

Расчет фактической пористости производился по формуле

$$П = 1 - \frac{\rho_{\text{э}}}{\rho_{\text{т}}},$$

где  $\rho_{\text{э}}$  – экспериментально измеренная плотность, кг/м<sup>3</sup>; П – пористость, %.

В ходе расчетов за плотность алюминия принимали значение 2700 кг/м<sup>3</sup>, плотность фазы карбида титана – 4920 кг/м<sup>3</sup>,  $n=0,1$ .

Твердость полученных экспериментальных образцов определялась на твердомере ТШ-2М по ГОСТ 9012-59. Микротвердость образцов исследовалась на стандартном микротвердомере ПТМ-3 по ГОСТ 9450-76 методом вдавливания алмазной пирамидки с квадратным основанием и межгранным углом при вершине 136°. Навеска на индентор составляла 100 г. Испытания на сжатие проводились по ГОСТ 25.503-97 на образцах III типа диаметром 20 мм. Момент появления первых трещин определялся визуально. Стойкость к коррозии исследовалась по ГОСТ 13819-68 в автоклавном комплексе Coat Test 3.3.150.150 в следующих условиях: водный раствор 5%NaCl; газовая фаза 1 МПа CO<sub>2</sub>, 0,5 МПа H<sub>2</sub>S, 3,5 МПа N<sub>2</sub> при температуре 80 °С; длительность 240 ч; общее давление 5 МПа. Параметры коррозионной стойкости рассчитывались по ГОСТ 9.908-85.

Триботехнические испытания проводились с использованием универсального триботехнического комплекса «Универсал-1Б» по схеме испытаний «кольцо – плоскость»; материал контртела – сталь 40Х; нормальная нагрузка на контакт 380 Н; частота вращения контртела – 600 об/мин; длительность испытаний – 30 мин или до появления полного схватывания.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В результате определения физических свойств (таблица 2) сплавов АМг2Н, АМг6Н и композиционных материалов АМг2–10%ТiС и АМг6–10%ТiС выявлено, что плотность композиционных материалов выше плотности матричных сплавов, что, очевидно, связано с наличием армирующей керамической фазы карбида титана. Из результатов испытаний очевидно, что проведение дополнительного нагрева приводит к снижению пористости композиционных материалов вследствие улучшения адгезионной связи между матрицей и наполнителем.

Исследование механических характеристик (таблица 3) показало, что армирование керамической фазой матричных сплавов приводит к повышению их твердости и микротвердости. Проведение дополнительного нагрева композиционных материалов АМг2–10%ТiС и АМг6–10%ТiС способствует приросту твердости на 13 и 12 %

Таблица 1. Химический состав сплавов АМг2 и АМг6  
Table 1. Chemical composition of the АМg2 and АМg6 alloys

Сплав	Содержание элемента, %						
	Al	Mg	Fe	Si	Mn	Cu	Ti
АМг2	95,3–98,00	1,8–2,8	<0,4	<0,4	0,2–0,6	<0,1	<0,1
АМг6	91,1–93,68	5,6–6,8	<0,4	<0,4	0,5–0,8	<0,1	<0,1

Таблица 2. Физические свойства сплавов АМг2, АМг6 и композиционных материалов АМг2–10%ТiС, АМг6–10%ТiС до и после термической обработки  
Table 2. Physical properties of the АМg2, АМg6 alloys and АМg2–10%ТiС, АМg6–10%ТiС composite materials before and after heat treatment

Сплавы и композиционные материалы на их основе	Плотность теоретическая, $\rho_{\text{т}}$ , г/см <sup>3</sup>	Плотность экспериментальная, $\rho_{\text{э}}$ , г/см <sup>3</sup>	Пористость, П, %
АМг2Н	2,690	–	–
АМг2–10%ТiС, без ТО	2,820	2,797±0,05	0,82
АМг2–10%ТiС, после ТО	2,820	2,820±0,03	0,00
АМг6Н	2,640	–	–
АМг6–10%ТiС, без ТО	2,768	2,739±0,06	1,00
АМг6–10%ТiС, после ТО	2,768	2,768±0,04	0,00

Примечание. ТО (термическая обработка) – нагрев при T=150 °С в течение 3 ч.  
Note. TO (heat treatment) is heating at T=150 °С for 3 h.

соответственно и микротвердости на 22 и 7 % соответственно. Армирование высокодисперсной фазой карбида титана в комплексе с проведением термической обработки не оказывает сильного негативного влияния на показатель предела текучести и относительную деформацию.

Результаты определения триботехнических характеристик (таблица 4) сплавов AMg2H, AMg6H и композиционных материалов AMg2–10%TiC, AMg6–10%TiC до и после термической обработки показали, что армирование в комплексе с термической обработкой приводит к значительному падению коэффициента трения и скорости изнашивания. Самые низкие триботехнические свойства наблюдаются у исходных сплавов AMg2H и AMg6H: на них фиксировалось изнашивание при схватывании и абразивное изнашивание, которые привели к быстрому разрушению поверхностного слоя; высокие значения коэффициента трения и скорости изнашивания свидетельствуют о недопустимых процессах, протекающих в зоне трения. Образцы AMg2–10%TiC и AMg6–10%TiC показали значительно лучшие триботехнические характеристики по сравнению с матричным сплавом, однако на них имели место задиры, на которых установилось трение с коэффициентом около 0,1. Эти же образцы после проведения дополнительных нагревов по рекомендованным режимам показали самые низкие значения коэффициента трения, невысокую скорость изнашивания и хорошую прирабатываемость.

Из таблицы 5 видно, что армирование керамической фазой карбида титана сплавов AMg2 и AMg6 не приводит к падению уровня коррозионной стойкости.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Поскольку для композиционных материалов, особенно полученных методом СВС, характерна повышенная пористость, оказывающая существенное влияние на их свойства, первоначально были определены плотность и пористость полученных материалов. Ис-

следование пористости образцов (таблица 2) показало, что после синтеза отклонение от расчетного значения не превышает 1 %, а после термической обработки снижается до нуля, что может быть обусловлено изменением состава и структуры межфазных границ и улучшения качества связи «матрица – наполнитель».

Фаза карбида титана характеризуется повышенной твердостью и, соответственно, невысокой пластичностью, поэтому основной механической характеристикой композиционных материалов с ее содержанием, как правило, является прочность на сжатие. Но, поскольку полного разрушения таких образцов не происходит, в качестве критерия оценки использовалось значение предела текучести, которое соответствует временному сопротивлению разрушения в момент возникновения первых трещин. Полученные значения прочности материала в литом состоянии (таблица 3), сопоставимые со значениями после нагартовки, обусловлены, очевидно, следующими факторами. Первый – действие механизма Холла – Петча, определяемого ролью дисперсных частиц как центров кристаллизации сплава. Второй – механизм Орована, суть которого в том, что сопротивление движению дислокаций увеличивается с уменьшением расстояния между частицами. Третий – возникновение затруднения для движения дислокаций из-за образования дополнительных дислокаций по причине несовпадения коэффициентов термического расширения и модуля упругости у материала матрицы и частиц армирующей фазы. В исследовании [18] показано, что введение армирующих частиц TiC размером 40–100 мкм в алюминиевый сплав АК12М2MgH методом механического замешивания приводит к снижению степени деформации при сжатии с 17,01 до 12,65 %, а предела прочности при сжатии с 489 до 470 МПа, при этом твердость повышается на 30–50 НВ. Можно сделать вывод, что наличие карбидной фазы не приводит к повышению именно прочностных характеристик, но способствует повышению твердости.

**Таблица 3.** Механические характеристики сплавов AMg2, AMg6 и композиционных материалов AMg2–10%TiC, AMg6–10%TiC до и после термической обработки  
**Table 3.** Mechanical characteristics of the AMg2, AMg6 alloys and AMg2–10%TiC, AMg6–10%TiC composite materials before and after heat treatment

Сплавы и композиционные материалы на их основе	Испытание на одноосное сжатие		Твердость НВ	Микротвердость НВ, МПа
	$\sigma_r^c$ , МПа	$\varepsilon$ , %		
AMg2H	290±10	69,19	59,4±20	608±10
AMg2–10%TiC, без ТО	271±13	59,70	59,4±20	736±15
AMg2–10%TiC, после ТО	298±10	61,50	67,6±20	745±18
AMg6H	449±15	32,00	83,0±19	991±21
AMg6–10%TiC, без ТО	403±18	19,00	90,9±19	1020±20
AMg6–10%TiC, после ТО	395±19	14,00	93,0±19	1069±19

Примечание. ТО (термическая обработка) – нагрев при  $T=150$  °C в течение 3 ч.  
Note. TO (heat treatment) is heating at  $T=150$  °C for 3 h.

**Таблица 4.** Триботехнические свойства сплавов АМг2, АМг6 и композиционных материалов АМг2–10%ТiС, АМг6–10%ТiС до и после термической обработки  
**Table 4.** Tribotechnical properties of the АМг2, АМг6 alloys and АМг2–10%ТiС, АМг6–10%ТiС composite materials before and after heat treatment

Сплавы и композиционные материалы на их основе	Скорость изнашивания, мкм/ч	Коэффициент трения	Температура саморазогрева, °С
АМг2Н	37,6±5,2	<0,3	71
АМг2–10%ТiС, без ТО	6,4±1,6	0,11...0,12	65
АМг2–10%ТiС, после ТО	4,0±1,3	0,07...0,08	56
АМг6Н	15,5±4,1	0,13...0,15	70
АМг6–10%ТiС, без ТО	3,5±0,6	0,07...0,09	59
АМг6–10%ТiС, после ТО	4,2±1,2	0,08...0,10	66

Примечание. ТО (термическая обработка) – нагрев при  $T=150\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 3 ч.  
 Note. TO (heat treatment) is heating at  $T=150\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 3 h.

**Таблица 5.** Коррозионная стойкость сплавов АМг2, АМг6 и композиционных материалов АМг2–10%ТiС, АМг6–10%ТiС до и после термической обработки  
**Table 5.** Corrosion resistance of the АМг2, АМг6 alloys and АМг2–10%ТiС, АМг6–10%ТiС composite materials before and after heat treatment

Сплавы и композиционные материалы на их основе	Показатель		
	Потеря массы на единицу площади, $\Delta m$ , кг/м <sup>2</sup>	Скорость коррозии, $V$ , г/(м <sup>2</sup> ·ч)	Глубинный показатель коррозии, $\pi$ , мм/год
АМг2Н	0,160	0,666±0,04	0,0021
АМг2–10%ТiС, без ТО	0,095	0,416±0,02	0,0014
АМг2–10%ТiС, после ТО	0,108	0,450±0,03	0,0014
АМг6Н	0,231	0,962±0,06	0,0030
АМг6–10%ТiС, без ТО	0,151	0,627±0,04	0,0021
АМг6–10%ТiС, после ТО	0,208	0,868±0,02	0,0027

Примечание. ТО (термическая обработка) – нагрев при  $T=150\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 3 ч.  
 Note. TO (heat treatment) is heating at  $T=150\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 3 h.

Поскольку было установлено, что наличие частиц карбидной фазы способствует общему повышению твердости получаемых материалов, было сделано предположение, что оно может положительно повлиять на их износостойкость, поэтому далее исследовались триботехнические свойства. Низкие значения коэффициента трения, небольшая скорость изнашивания и хорошая прирабатываемость композиционных материалов АМг2–10%ТiС и АМг6–10%ТiС после проведения оптимального режима термической обработки, очевидно, обусловлены повышением качества межфазной связи, а также дополнительным выделением твердой интерметаллической  $\beta$ -фазы ( $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ ) [19].

Одним из основных достоинств алюминий-магниевого сплава является их высокая коррозионная стойкость. Исследование данной характеристики в среде газов  $\text{CO}_2$  и  $\text{H}_2\text{S}$  при повышенной температуре  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  показало, что и образцы матричных сплавов, и образцы композиционных материалов как до, так и после нагрева имеют глубинный показатель скорости коррозии на уровне 0,001–0,005 мм/год (таблица 5), что свидетельствует о высокой коррозионной стойкости композиционных материалов АМг2–10%ТiС и АМг6–10%ТiС и позволяет отнести их к группе весьма стойких металлов [20].

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Согласно результатам комплекса исследований свойств, разработанные композиционные материалы AMg2–10%TiC и AMg6–10%TiC, полученные методом СВС и подвергнутые дополнительному нагреву, показали более высокий уровень твердости, микротвердости, стойкости к износу и коррозии в сравнении с матричными сплавами AMg2 и AMg6 в состоянии нагартовки. Таким образом, армирование высокодисперсной фазой карбида титана в комплексе с термической обработкой является целесообразным способом повышения механических и эксплуатационных характеристик, так как помогает избежать трудоемкой операции холодного деформационного упрочнения (нагартовки). На основании полученных данных композиционные материалы могут быть рекомендованы для изготовления деталей шатунно-поршневой группы, подшипников и других износостойких деталей узлов трения.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Панфилов А.А., Прусов Е.С., Кечин В.А. Проблемы и перспективы развития производства и применения алюмоматричных композиционных сплавов // Труды НГТУ им. Р.Е. Алексеева. 2013. № 2. С. 210–217. EDN: [QZLYCV](#).
2. Михеев Р.С., Чернышова Т.А. Алюмоматричные композиционные материалы с карбидным упрочнением для решения задач новой техники. М.: Маска, 2013. 356 с.
3. Pandey U., Purohit R., Agarwal P., Dhakad S.K., Rana R.S. Effect of TiC particles on the mechanical properties of aluminium alloy metal matrix composites (MMCs) // *Materials Today: Proceedings*. 2017. Vol. 4. № 4-D. P. 5452–5460. DOI: [10.1016/j.matpr.2017.05.057](#).
4. Zhou D., Qiu F., Jiang Q. The nano-sized TiC particle reinforced Al–Cu matrix composite with superior tensile ductility // *Materials Science and Engineering: A*. 2015. Vol. 622. P. 189–193. DOI: [10.1016/j.msea.2014.11.006](#).
5. Nath H., Amosov A.P. SHS amidst other new processes for in-situ synthesis of Al-matrix composites: A review // *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*. 2016. Vol. 25. P. 50–58. DOI: [10.3103/S106138621601009X](#).
6. Pramod S.L., Bakshi S.R., Murty B.S. Aluminum-based cast in situ composites: A Review // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2015. Vol. 24. № 6. P. 2185–2207. DOI: [10.1007/s11665-015-1424-2](#).
7. Chaubey A.K., Prashanth K.G., Ray N., Wang Z. Study on in-situ synthesis of Al–TiC composite by self – propagating high temperature synthesis process // *MSAII*. 2015. Vol. 12. № 12. P. 454–461.
8. Амосов А.П., Луц А.Р., Рыбаков А.Д., Латухин Е.И. Применение различных порошковых форм углерода для армирования алюмоматричных композиционных материалов углеродом и карбидом титана (обзор) // *Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия*. 2020. № 4. С. 44–64. DOI: [10.17073/0021-3438-2020-4-44-64](#).
9. Луц А.Р., Амосов А.П., Латухин Е.И., Рыбаков А.Д., Новиков В.А., Шипилов С.И. Самораспространяющийся высокотемпературный синтез наноструктурных композиционных сплавов (Al–2%Mn)–10%TiC и (Al–5%Cu–2%Mn)–10%TiC при легировании порошковым марганцем // *Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия*. 2018. № 3. С. 30–40. DOI: [10.17073/1997-308X-2018-3-30-40](#).
10. Wang L., Qiu F., Zhao Q., Wang H., Jiang Q. Simultaneously increasing the elevated-temperature tensile strength and plasticity of in situ nano-sized TiC/Al–Cu–Mg composites // *Materials Characterization*. 2017. Vol. 125. P. 7–12. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.01.013](#).
11. Kumar A., Mahapatra M.M., Jha P.K. Fabrication and Characterizations of Mechanical Properties of Al–4.5%Cu/10TiC Composite by In-Situ Method // *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. 2012. Vol. 11. № 11. P. 1075–1080. DOI: [10.4236/jmmce.2012.1111113](#).
12. Aziz M.A., Mahmoud T.S., Zaki Z.I., Gaafer A.M. Heat Treatment and Wear Characteristics of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and TiC Particulate Reinforced AA6063 Al // *Journal of Tribology*. 2006. Vol. 128. P. 891–895. DOI: [10.1115/1.2345416](#).
13. Курганова Ю.А., Колмаков А.Г., Чэнь И., Курганов С.В. Исследование механических свойств перспективных алюмоматричных композиционных материалов, армированных SiC и Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> // *Материаловедение*. 2021. № 6. С. 34–38. DOI: [10.31044/1684-579X-2021-0-6-34-38](#).
14. Bhoi N.K., Singh H., Pratap S. Developments in the aluminum metal matrix composites reinforced by micro/nano particles – a review // *Journal of Composite Materials*. 2020. Vol. 54. № 6. P. 813–833. DOI: [10.1177/0021998319865307](#).
15. Белов Н.А. Фазовый состав алюминиевых сплавов. М.: МИСИС, 2009. 389 с.
16. Wang H., Geng H., Zhou D., Niitsu K., Muransky O., Zhang D. Multiple strengthening mechanisms in high strength ultrafine-grained Al–Mg alloys // *Materials Science and Engineering A*. 2020. Vol. 771. Article number 138613. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138613](#).
17. Шерина Ю.В., Луц А.Р., Кичаев П.Е., Богатов М.В., Амосов А.П. Влияние армирования высокодисперсной фазой карбида титана и последующей термической обработки на структуру и свойства сплава AMg6 // *Научные технологии в машиностроении*. 2023. № 5. С. 15–21. DOI: [10.30987/2223-4608-2023-15-21](#).
18. Михеев Р.С. Инновационные пути в создании антифрикционных композиционных покрытий на основе цветных сплавов с повышенными триботехническими свойствами // *Заготовительные производства в машиностроении*. 2018. Т. 16. № 5. С. 204–210. EDN: [UOVOQM](#).
19. Rao V.R., Ramanaiyah N., Sarcar M.M. Mechanical and tribological properties of AA7075–TiC metal matrix composites under heat treatment (T6) and cast conditions // *Journal of Materials Research and Technology*. 2016. Vol. 5. № 4. P. 377–383. DOI: [10.1016/j.jmrt.2016.03.011](#).
20. Alaneme K.K., Olubambi P. Corrosion and wear behaviour of rice husk ash–Alumina reinforced Al–Mg–Si alloy matrix hybrid composites // *Journal of Materials Research and Technology*. 2013. Vol. 2. № 2. P. 188–194. DOI: [10.1016/j.jmrt.2013.02.005](#).

## REFERENCES

- Panfilov A.A., Prusov E.S., Kechin V.A. Problems and prospects of development of production and application alyumomatrichnykh of composite alloys. *Trudy NGTU im. R.E. Alekseeva*, 2013, no. 2, pp. 210–217. EDN: [OZLYCV](#).
- Mikheev R.S., Chernyshova T.A. *Alyumomatrichnye kompozitsionnye materialy s karbidnym uprochneniem dlya resheniya zadach novoy tekhniki* [Aluminum-matrix composite materials with carbide hardening for solving problems of new technology]. Moscow, Maska Publ., 2013. 356 p.
- Pandey U., Purohit R., Agarwal P., Dhakad S.K., Rana R.S. Effect of TiC particles on the mechanical properties of aluminium alloy metal matrix composites (MMCs). *Materials Today: Proceedings*, 2017, vol. 4, no. 4-D, pp. 5452–5460. DOI: [10.1016/j.matpr.2017.05.057](#).
- Zhou D., Qiu F., Jiang Q. The nano-sized TiC particle reinforced Al–Cu matrix composite with superior tensile ductility. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, vol. 622, pp. 189–193. DOI: [10.1016/j.msea.2014.11.006](#).
- Nath H., Amosov A.P. SHS amidst other new processes for in-situ synthesis of Al-matrix composites: A review. *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 2016, vol. 25, pp. 50–58. DOI: [10.3103/S106138621601009X](#).
- Pramod S.L., Bakshi S.R., Murty B.S. Aluminum-based cast in situ composites: A Review. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2015, vol. 24, no. 6, pp. 2185–2207. DOI: [10.1007/s11665-015-1424-2](#).
- Chaubey A.K., Prashanth K.G., Ray N., Wang Z. Study on in-situ synthesis of Al-TiC composite by self – propagating high temperature synthesis process. *MSAIJ*, 2015, vol. 12, no. 12, pp. 454–461.
- Amosov A.P., Luts A.R., Rybakov A.D., Latukhin E.I. Application of different powdered forms of carbon for reinforcement of aluminum matrix composite materials by carbon and titanium carbide. A review. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Tsvetnaya metallurgiya*, 2020, no. 4, pp. 44–64. DOI: [10.17073/0021-3438-2020-4-44-64](#).
- Luts A.R., Amosov A.P., Latukhin E.I., Rybakov A.D., Novikov V.A., Shipilov S.I. Self-propagating high-temperature synthesis of (Al-2%Mn)-10%TiC and (Al-5%Cu-2%Mn)-10%TiC nanostructured composite alloys when doped with manganese powder. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Poroshkovaya metallurgiya i funktsionalnye pokrytiya*, 2018, no. 3, pp. 30–40. DOI: [10.17073/1997-308X-2018-3-30-40](#).
- Wang L., Qiu F., Zhao Q., Wang H., Jiang Q. Simultaneously increasing the elevated-temperature tensile strength and plasticity of in situ nano-sized TiCx/Al-Cu-Mg composites. *Materials Characterization*, 2017, vol. 125, pp. 7–12. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.01.013](#).
- Kumar A., Mahapatra M.M., Jha P.K. Fabrication and Characterizations of Mechanical Properties of Al-4.5%Cu/10TiC Composite by In-Situ Method. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 2012, vol. 11, no. 11, pp. 1075–1080. DOI: [10.4236/jmmce.2012.111113](#).
- Aziz M.A., Mahmoud T.S., Zaki Z.I., Gafer A.M. Heat Treatment and Wear Characteristics of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and TiC Particulate Reinforced AA6063 Al. *Journal of Tribology*, 2006, vol. 128, pp. 891–895. DOI: [10.1115/1.2345416](#).
- Kurganova Yu.A., Kolmakov A.G., Chen I., Kurganov S.V. Study of mechanical characteristics of advanced aluminum-matrix composites reinforced with SiC and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Inorganic materials: applied research*, 2022, vol. 13, no. 1, pp. 157–160. DOI: [10.1134/S2075113322010245](#)
- Bhoi N.K., Singh H., Pratap S. Developments in the aluminum metal matrix composites reinforced by micro/nano particles – a review. *Journal of Composite Materials*, 2020, vol. 54, no. 6, pp. 813–833. DOI: [10.1177/0021998319865307](#).
- Belov N.A. *Fazovyy sostav alyuminievykh splavov* [Phase composition of aluminum alloys]. Moscow, MISIS Publ., 2009. 389 p.
- Wang H., Geng H., Zhou D., Niitsu K., Muransky O., Zhang D. Multiple strengthening mechanisms in high strength ultrafine-grained Al–Mg alloys. *Materials Science and Engineering A*, 2020, vol. 771, article number 138613. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138613](#).
- Sherina Yu.V., Luts A.R., Kichaev P.E., Bogatov M.V., Amosov A.P. The effect of reinforcement with a titanium carbide high-dispersity phase and subsequent heat treatment on the structure and properties of the AMG6 alloy. *Naukoemkie tekhnologii v mashinostroenii*, 2023, no. 5, pp. 15–21. DOI: [10.30987/2223-4608-2023-15-21](#).
- Mikheev R.S. Innovative ways to produce of antifriction composite coatings based on nonferrous alloys with enhanced properties. *Zagotovitelnye proizvodstva v mashinostroenii*, 2018, vol. 16, no. 5, pp. 204–210. EDN: [UOVQQM](#).
- Rao V.R., Ramanaiiah N., Sarcar M.M. Mechanical and tribological properties of AA7075-TiC metal matrix composites under heat treatment (T6) and cast conditions. *Journal of Materials Research and Technology*, 2016, vol. 5, no. 4, pp. 377–383. DOI: [10.1016/j.jmrt.2016.03.011](#).
- Alaneme K.K., Olubambi P. Corrosion and wear behaviour of rice husk ash–Alumina reinforced Al-Mg-Si alloy matrix hybrid composites. *Journal of Materials Research and Technology*, 2013, vol. 2, no. 2, pp. 188–194. DOI: [10.1016/j.jmrt.2013.02.005](#).

# The study of the effect of heat treatment on the properties of the AMg2–10%TiC and AMg6–10%TiC composite materials produced by self-propagating high-temperature synthesis

© 2024

*Yuliya V. Sherina*\*<sup>1</sup>, postgraduate student  
of Chair “Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials”

*Alfiya R. Luts*<sup>2</sup>, PhD (Engineering), Associate Professor,  
assistant professor of Chair “Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials”

*Samara State Technical University, Samara (Russia)*

\*E-mail: [yulya.makhonina.97@inbox.ru](mailto:yulya.makhonina.97@inbox.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5451-7107>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7889-9931>

Received 22.06.2023

Accepted 21.08.2023

**Abstract:** Dispersion-strengthened composite materials belong to the group of promising structural materials characterised by a diverse combination of properties. The paper considers examples of the creation and heat treatment of composite materials based on aluminium alloys strengthened by the titanium carbide dispersed phase characterised by high hardness, elastic modulus, and good melt wettability. At present, self-propagating high-temperature synthesis (SHS) is the most accessible, inexpensive and effective way to obtain them. The authors substantiate the expediency and show their successful experience of the formation in the composition of the AMg2 and AMg6 industrial alloys of a titanium carbide dispersed phase with a particle size of 130 nm in an amount of up to 10 wt. % using the SHS method, which makes it possible to increase the hardness of the alloys. Additional heating of the AMg2–10%TiC and AMg6–10%TiC samples after synthesis also contributes to the further increase in hardness. The complex of studies of physical, mechanical and operational characteristics presented in the paper was carried out to compare the properties of the work-hardened matrix alloys and the samples of composite materials before and after heating. The test results showed that heat treatment reduces the porosity of the composites and significantly increases their hardness and microhardness. A slight decrease in compressive strength at a significant increase in wear resistance is observed. It was found that composite materials are characterised by high corrosion resistance to carbon dioxide and hydrogen sulfide corrosion corresponding to the level of matrix alloys. The results obtained allow recommending the developed materials for the production of parts of the connecting rod and piston group, bearings and other wear-resistant parts of friction units.

**Keywords:** composite material; AMg2–10%TiC; AMg6–10%TiC; titanium carbide; heat treatment; self-propagating high-temperature synthesis.

**Acknowledgments:** The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

**For citation:** Sherina Yu.V., Luts A.R. The study of the effect of heat treatment on the properties of the AMg2–10%TiC and AMg6–10%TiC composite materials produced by self-propagating high-temperature synthesis. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 105–112. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-1-67-10.

---

## НАШИ АВТОРЫ

**Аксенов Денис Алексеевич**, младший научный сотрудник.

Адрес 1: Институт физики молекул и кристаллов  
Уфимского федерального исследовательского центра РАН,  
450054, Россия, г. Уфа, пр-т Октября, 71.

Адрес 2: Уфимский университет науки и технологий,  
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.

E-mail: aksyonovda@mail.ru

**Алексеев Валерий Игоревич**, аспирант.

Адрес: Университет науки и технологий МИСИС,  
119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.

E-mail: alval7@yandex.ru

**Арышенский Евгений Владимирович**, доктор технических наук, доцент,  
старший научный сотрудник

лаборатории электронной микроскопии и обработки изображений.

Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет,  
654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.

E-mail: arishenskiy\_ev@sibsiu.ru

**Асфандияров Рашид Наилевич**, кандидат технических наук,  
научный сотрудник.

Адрес 1: Институт физики молекул и кристаллов  
Уфимского федерального исследовательского центра РАН,  
450054, Россия, г. Уфа, пр-т Октября, 71.

Адрес 2: Уфимский университет науки и технологий,  
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.

E-mail: a.r.n@list.ru

**Брилевский Александр Игоревич**, младший научный сотрудник  
НИИ прогрессивных технологий.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,  
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: alexandrbril@yandex.ru

**Валитов Венер Анварович**, доктор технических наук,  
ведущий научный сотрудник.

Адрес: Институт проблем сверхпластичности металлов РАН,  
450001, Россия, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.

E-mail: valitov\_va@mail.ru

**Волкова Елена Георгиевна**, кандидат физико-математических наук,  
старший научный сотрудник.

Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН,  
620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.

E-mail: volkova@imp.uran.ru

**Галиева Эльвина Венеровна**, кандидат технических наук,  
научный сотрудник.

Адрес: Институт проблем сверхпластичности металлов РАН,  
450001, Россия, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.

E-mail: galieva\_elvina\_v@mail.ru

**Данюк Алексей Валериевич**, кандидат физико-математических наук,  
старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий.

Адрес: Тольяттинский государственный университет,  
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.

E-mail: alexey.danyuk@gmail.com

**Дриц Александр Михайлович**, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник.  
Адрес: Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, 443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.  
E-mail: alexander.drits@samara-metallurg.ru

**Дударев Артемий Александрович**, магистр.  
Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.  
E-mail: artemdudarev@mail.ru

**Зорин Игорь Александрович**, лаборант-исследователь, студент, инженер-электроник II категории лаборатории механических испытаний и электронной микроскопии.  
Адрес 1: Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, 443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.  
Адрес 2: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.  
E-mail: zorin.ia@ssau.ru

**Классман Екатерина Юрьевна**, аспирант, инженер.  
Адрес: Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, 450001, Россия, г. Уфа, ул. Степана Халтурина, 39.  
E-mail: klassman@mail.ru

**Клевцов Геннадий Всеволодович**, доктор технических наук, профессор кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».  
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.  
E-mail: klevtsov11948@mail.ru

**Кодиров Давронжон Фарходжон угли**, аспирант.  
Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.  
E-mail: DFKodirov@yandex.ru

**Коновалов Сергей Валерьевич**, доктор технических наук, профессор, проректор по научной и инновационной деятельности.  
Адрес: Сибирский государственный индустриальный университет, 654007, Россия, г. Новокузнецк, ул. Кирова, 42.  
E-mail: konovalov@sibsiu.ru

**Кудашева Кристина Камильевна**, инженер НИИ прогрессивных технологий.  
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.  
E-mail: a.abdugaffarova@gmail.com

**Кудря Александр Викторович**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры металловедения и физики прочности.  
Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.  
E-mail: AVKudrya@misis.ru

**Кудрявцев Егор Алексеевич**, кандидат технических наук, научный сотрудник Центра коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"».  
Адрес: Белгородский государственный национальный исследовательский университет, 308015, Россия, г. Белгород, ул. Победы, 85.  
E-mail: egoryoda@mail.ru

**Левашов Евгений Александрович**, доктор технических наук, профессор, заведующий кафедрой порошковой металлургии и функциональных покрытий, директор научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.  
Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.  
E-mail: levashov@shs.misis.ru

**Линдеров Михаил Леонидович**, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий.  
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.  
E-mail: dartvi@gmail.com

**Логинов Павел Александрович**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.  
Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.  
E-mail: pavel.loginov.misis@list.ru

**Луц Альфия Расимовна**, кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».  
Адрес: Самарский государственный технический университет, 443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.  
E-mail: alya\_luts@mail.ru

**Макаров Алексей Викторович**, доктор технических наук, член-корреспондент РАН, заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств.  
Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, 620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.  
E-mail: avm@imp.uran.ru

**Мерсон Дмитрий Львович**, доктор физико-математических наук, профессор, директор НИИ прогрессивных технологий.  
Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.  
E-mail: d.merson@tltsu.ru

**Муканов Самат Куандыкович**, кандидат технических наук, младший научный сотрудник научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.  
Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.  
E-mail: smukanov@misis.ru

**Петржик Михаил Иванович**, доктор технических наук, профессор кафедры порошковой металлургии и функциональных покрытий, ведущий научный сотрудник научно-учебного центра самораспространяющегося высокотемпературного синтеза.  
Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.  
E-mail: petrzhik@shs.misis.ru

**Погорелов Егор Васильевич**, аспирант.  
Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1.  
E-mail: egor.pogorelov11@gmail.com

**Рааб Арсений Георгиевич**, кандидат технических наук, научный сотрудник.  
Адрес: Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.  
E-mail: agraab@mail.ru

**Расторгуев Дмитрий Александрович**, кандидат технических наук, доцент кафедры «Оборудование и технологии машиностроительного производства». Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14. E-mail: rast\_73@mail.ru

**Родионова Ирина Гавриловна**, доктор технических наук, доцент, заместитель директора научного центра физико-химических основ и технологий металлургии. Адрес: ГНЦ ФГУП «ЦНИИчермет им. И.П. Бардина», 105005, Россия, г. Москва, ул. Радио 23/9, стр. 1. E-mail: igrodi@mail.ru

**Севастьянов Александр Александрович**, аспирант кафедры «Оборудование и технологии машиностроительного производства». Адрес: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14. E-mail: alex-119977@yandex.ru

**Сементеева Юлия Рамилевна**, магистрант. Адрес: Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32. E-mail: yu.nuriewa@yandex.ru

**Сергеев Максим Иванович**, аспирант. Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1. E-mail: m1600219@edu.misis.ru

**Соколовская Элина Александровна**, кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры металловедения и физики прочности. Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1. E-mail: Sokolovskaya@misis.ru

**Степченков Александр Константинович**, младший научный сотрудник. Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, 620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18. E-mail: stepchenkov@imp.uran.ru

**Стукалова Наталья Анатольевна**, аспирант. Адрес: Университет науки и технологий МИСИС, 119049, Россия, г. Москва, Ленинский пр-т, 4, стр. 1. E-mail: stukalova-n@mail.ru

**Фахретдинова Эльвира Илдаровна**, кандидат технических наук, научный сотрудник. Адрес 1: Институт физики молекул и кристаллов Уфимского федерального исследовательского центра РАН, 450054, Россия, г. Уфа, пр-т Октября, 71. Адрес 2: Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32. E-mail: yelka89@mail.ru

**Харанжевский Евгений Викторович**, доктор технических наук, профессор, заведующий лабораторией физики и химии материалов. Адрес: Удмуртский государственный университет, 426034, Россия, г. Ижевск, ул. Университетская, 1. E-mail: eh@udsu.ru

**Шарипов Арсений Елисеевич**, магистрант. Адрес: Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32. E-mail: arsenyarseny36728@gmail.com

**Шерина Юлия Владимировна**, аспирант  
кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».  
Адрес: Самарский государственный технический университет,  
443100, Россия, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244.  
E-mail: yulya.makhonina.97@inbox.ru

**Шишкунова Мария Андреевна**, магистрант.  
Адрес: Уфимский университет науки и технологий,  
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.  
E-mail: shishkunomashaa@gmail.com

**Эстемирова Светлана Хусаиновна**, кандидат химических наук,  
старший научный сотрудник.  
Адрес: Институт металлургии Уральского отделения РАН,  
620016, Россия, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 101.  
E-mail: esveta100@mail.ru

**Ясников Игорь Станиславович**, доктор физико-математических наук, доцент,  
профессор кафедры «Общая и теоретическая физика»,  
ведущий научный сотрудник НИИ прогрессивных технологий.  
Адрес: Тольяттинский государственный университет,  
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.  
E-mail: yasnikov@phystech.edu

---

## OUR AUTHORS

**Aksenov Denis Alekseevich**, junior researcher.  
Address 1: Institute of Physics of Molecules and Crystals  
Ufa Federal Research Center of RAS,  
450054, Russia, Ufa, Prospekt Oktyabrya, 71.  
Address 2: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: aksyonovda@mail.ru

**Alekseev Valeriy Igorevich**, postgraduate student.  
Address: University of Science and Technology MISIS,  
119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1.  
E-mail: alval7@yandex.ru

**Aryshenskiy Evgeny Vladimirovich**, Doctor of Sciences (Engineering),  
Associate Professor, senior researcher  
of the Laboratory of Electron Microscopy and Image Processing.  
Address: Siberian State Industrial University,  
654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.  
E-mail: arishenskiy\_ev@sibsiu.ru

**Asfandiyarov Rashid Nailevich**, PhD (Engineering), researcher.  
Address 1: Institute of Physics of Molecules and Crystals  
Ufa Federal Research Center of RAS,  
450054, Russia, Ufa, Prospekt Oktyabrya, 71.  
Address 2: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: a.r.n@list.ru

**Brilevskiy Aleksandr Igorevich**, junior researcher  
of the Research Institute of Advanced Technologies.  
Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: alexandrbril@yandex.ru

**Danyuk Aleksey Valerievich**, PhD (Physics and Mathematics),  
senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies.  
Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: alexey.danyuk@gmail.com

**Drits Aleksandr Mikhailovich**, PhD (Engineering), leading researcher.  
Address: Samara National Research University,  
443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse, 34.  
E-mail: alexander.drits@samara-metallurg.ru

**Dudarev Artemiy Aleksandrovich**, graduate student.  
Address: University of Science and Technology MISIS,  
119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1.  
E-mail: artemdudarev@mail.ru

**Estemirova Svetlana Khusainovna**, PhD (Chemistry), senior researcher.  
Address: Institute of Metallurgy of the Ural Branch of RAS,  
620016, Russia, Yekaterinburg, Amundsen Street, 101.  
E-mail: esveta100@mail.ru

**Fakhretdinova Elvira Ildarovna**, PhD (Engineering), researcher.  
Address 1: Institute of Physics of Molecules and Crystals  
Ufa Federal Research Center of RAS,  
450054, Russia, Ufa, Prospekt Oktyabrya, 71.  
Address 2: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: yelka89@mail.ru

**Galieva Elvina Venerovna**, PhD (Engineering), researcher.  
Address: Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS,  
450001, Russia, Ufa, Stepan Khalturin Street, 39.  
E-mail: galieva\_elvina\_v@mail.ru

**Kharanzhevskiy Evgeny Viktorovich**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,  
Head of Laboratory of Physics and Chemistry of Materials.  
Address: Udmurt State University,  
426034, Russia, Izhevsk, Universitetskaya Street, 1.  
E-mail: eh@udsu.ru

**Klassman Ekaterina Yuryevna**, postgraduate student, engineer.  
Address: Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS,  
450001, Russia, Ufa, Stepan Khalturin Street, 39.  
E-mail: klassman@mail.ru

**Klevtsov Gennady Vsevolodovich**, Doctor of Sciences (Engineering),  
professor of Chair “Nanotechnologies, Materials Science and Mechanics”.  
Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: klevtsov11948@mail.ru

**Kodirov Davronjon Farkhodzhon ugli**, postgraduate student.  
Address: University of Science and Technology MISIS,  
119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1.  
E-mail: DFKodirov@yandex.ru

**Konovalov Sergey Valerievich**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,  
Pro-rector for Research and Innovative Activities.  
Address: Siberian State Industrial University,  
654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.  
E-mail: konovalov@sibsiu.ru

**Kudasheva Kristina Kamiliyevna**, engineer  
of the Research Institute of Advanced Technologies.  
Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: a.abdugaffarova@gmail.com

**Kudrya Aleksandr Viktorovich**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,  
professor of Chair of Materials Science and Strength Physics.  
Address: University of Science and Technology MISIS,  
119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1.  
E-mail: AVKudrya@misis.ru

**Kudryavtsev Egor Alekseevich**, PhD (Engineering), researcher  
of the Common Use Center “Technologies and Materials of the National Research University BelSU”.  
Address: Belgorod State National Research University,  
308015, Russia, Belgorod, Pobedy Street, 85.  
E-mail: egoryoda@mail.ru

**Levashov Evgeny Aleksandrovich**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,  
Head of Chair of Powder Metallurgy and Functional,  
Head of Scientific-Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis.  
Address: National University of Science and Technology MISIS,  
119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1.  
E-mail: levashov@shs.misis.ru

**Linderov Mikhail Leonidovich**, PhD (Physics and Mathematics),  
senior researcher of the Research Institute of Advanced Technologies.  
Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: dartvi@gmail.com

**Loginov Pavel Aleksandrovich**, PhD (Engineering), senior researcher of Scientific-Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. Address: National University of Science and Technology MISIS, 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1. E-mail: pavel.loginov.misis@list.ru

**Luts Alfiya Rasimovna**, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair “Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials”. Address: Samara State Technical University, 443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244. E-mail: alya\_luts@mail.ru

**Makarov Aleksey Viktorovich**, Doctor of Sciences (Engineering), Corresponding member of RAS, Head of Department of Materials Science, Head of Laboratory of Mechanical Properties. Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS, 620108, Russia, Yekaterinburg, Sofya Kovalevskaya Street, 18. E-mail: avm@imp.uran.ru

**Merson Dmitry Lvovich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor, Director of the Research Institute of Advanced Technologies. Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14. E-mail: d.merson@tltsu.ru

**Mukanov Samat Kuandykovich**, PhD (Engineering), junior researcher of Scientific-Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. Address: National University of Science and Technology MISIS, 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1. E-mail: smukanov@misis.ru

**Petrzhik Mikhail Ivanovich**, Doctor of Sciences (Engineering), professor of Chair of Powder Metallurgy and Functional Coatings, leading researcher of Scientific-Educational Center of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. Address: National University of Science and Technology MISIS, 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1. E-mail: petrzhik@shs.misis.ru

**Pogorelov Egor Vasilyevich**, postgraduate student. Address: University of Science and Technology MISIS, 119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1. E-mail: egor.pogorelov11@gmail.com

**Raab Arseniy Georgievich**, PhD (Engineering), researcher. Address: Ufa University of Science and Technology, 450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32. E-mail: agraab@mail.ru

**Rastorguev Dmitry Aleksandrovich**, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Equipment and Technologies of Machine Building Production”. Address: Togliatti State University, 445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14. E-mail: rast\_73@mail.ru

**Rodionova Irina Gavrilovna**, Doctor of Sciences (Engineering), Associate Professor, Deputy Director of the Scientific Center for Physical and Chemical Fundamentals and Technologies of Metallurgy. Address: State Research Center FSUE I.P. Bardin Central Research Institute of Ferrous Metallurgy, 105005, Russia, Moscow, Radio Street, 23/9, block 1. E-mail: igrodi@mail.ru

**Sementeeva Yuliya Ramilevna**, graduate student.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: yu.nuriewa@yandex.ru

**Sergeyev Maksim Ivanovich**, postgraduate student.  
Address: University of Science and Technology MISIS,  
119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1.  
E-mail: m1600219@edu.misis.ru

**Sevastyanov Aleksandr Aleksandrovich**, postgraduate student  
of Chair “Equipment and Technologies of Machine Building Production”.  
Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: alex-119977@yandex.ru

**Sharipov Arseniy Eliseevich**, graduate student.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: arsenyarseny36728@gmail.com

**Sherina Yuliya Vladimirovna**, postgraduate student  
of Chair “Metal Science, Powder Metallurgy, Nanomaterials”.  
Address: Samara State Technical University,  
443100, Russia, Samara, Molodogvardeyskaya Street, 244.  
E-mail: yulya.makhonina.97@inbox.ru

**Shishkunova Mariya Andreevna**, graduate student.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: shishkunomashaa@gmail.com

**Sokolovskaya Elina Aleksandrovna**, PhD (Engineering), Associate Professor,  
assistant professor of Chair of Metal Science and Physics of Strength.  
Address: University of Science and Technology MISIS,  
119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1.  
E-mail: Sokolovskaya@misis.ru

**Stepchenkov Aleksandr Konstantinovich**, junior researcher.  
Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS,  
620108, Russia, Yekaterinburg, Sofya Kovalevskaya Street, 18.  
E-mail: stepchenkov@imp.uran.ru

**Stukalova Natalia Anatolievna**, postgraduate student.  
Address: University of Science and Technology MISIS,  
119049, Russia, Moscow, Leninsky Prospekt, 4, block 1.  
E-mail: stukalova-n@mail.ru

**Valitov Vener Anvarovich**, Doctor of Sciences (Engineering), leading researcher.  
Address: Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS,  
450001, Russia, Ufa, Stepan Khalturin Street, 39.  
E-mail: valitov\_va@mail.ru

**Volkova Elena Georgievna**, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher.  
Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS,  
620108, Russia, Yekaterinburg, Sofya Kovalevskaya Street, 18.  
E-mail: volkova@imp.uran.ru

**Yasnikov Igor Stanislavovich**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor,  
professor of Chair “General and Theoretical Physics”,  
leading researcher of the Research Institute of Advanced Technologies.  
Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: yasnikov@phystech.edu

**Zorin Igor Aleksandrovich**, laboratory assistant-researcher,  
student, II category electronic engineer  
of the Laboratory of Mechanical Testing and Electron Microscopy.  
Address 1: Samara National Research University,  
443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse, 34.  
Address 2: Siberian State Industrial University,  
654007, Russia, Novokuznetsk, Kirov Street, 42.  
E-mail: zorin.ia@ssau.ru

**На обложке:** Изображение структуры сплава Mg–8.6Zn–1.2Zr, подвергнутого длительному отжигу в воздушной среде при температуре 400 °С в течение 24 ч. Световая микроскопия. Автор фото: Шишкунова М.А., аспирант (Уфимский университет науки и технологий, Уфа, Россия).

**On the cover:** Image of the structure of the Mg–8.6Zn–1.2Zr alloy subjected to prolonged annealing in air at a temperature of 400 °C for 24 h. Light microscopy. Author of the photo: M.A. Shishkunova, postgraduate student (Ufa University of Science and Technology, Ufa, Russia).