

# Frontier Materials & Technologies

Основан в 2008 г.

№ 2

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.

**Сонар Тушар Мадхукар**, к. т. н.

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

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

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

**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 28.06.2024.  
Выход в свет 16.09.2024.  
Формат 60×84 1/8.  
Печать цифровая.  
Усл. п. л. 14,8.  
Тираж 30 экз. Заказ 3-135-24.  
Цена свободная.

Адрес издателя, типографии: Тольяттинский государственный университет, 445020, Россия, Самарская область, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.





## СВЕДЕНИЯ О ЧЛЕНАХ РЕДКОЛЛЕГИИ

*Главный редактор*

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

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 Максимилианович**, 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 Григорий**, 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](#)

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

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 металловедения 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), Лос-Анджелес, США).

ORCID: <https://orcid.org/0009-0009-8933-195X>

**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](#)

**Сонар Тушар Мадхукар**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник кафедры «Оборудование и технология сварочного производства» (Южно-Уральский государственный университет, Челябинск, Россия)

Scopus AuthorID: [57200800257](#)

ResearcherID: [AAS-6037-2021](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3997-5337>

**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>

**Табаков 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).

AuthorID РИНЦ: [596086](#)

SPIN-код: [9504-4454](#)

**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), Los Angeles, USA).

ORCID: <https://orcid.org/0009-0009-8933-195X>

**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).

RSCI AuthorID: [596086](#)

SPIN-code: [9504-4454](#)

**Tushar Madhukar Sonar**, PhD (Engineering), Senior Research Scientist of Chair “Welding Engineering” (South Ural State University, Chelyabinsk, Russia)

Scopus AuthorID: [57200800257](#)

ResearcherID: [AAS-6037-2021](#)

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3997-5337>

**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>Влияние интенсивной пластической деформации кручением на структуру и механические свойства цинкового сплава Zn-1%Fe-5%Mg</b> Абдрахманова Э.Д., Хафизова Э.Д., Поленок М.В., Нафиков Р.К., Корзникова Е.А. ....	9
<b>Влияние предварительной плазменной обработки поверхности стали 09Г2С на формирование покрытия в результате горячего цинкования</b> Бондарева О.С., Добычина О.С., Куканков Л.С., Короткова Ю.Н., Третьяков В.А. ....	23
<b>Малоцикловая усталость 10 % Cr стали с высоким содержанием бора при комнатной температуре</b> Бражников И.С., Федосеева А.Э. ....	33
<b>Влияние геометрии инструмента на формирование сварного соединения при сварке трением с перемешиванием алюминиевого сплава АМг5</b> Зыбин И.Н., Бузырева Д.А. ....	43
<b>Исследование превращений переохлажденного аустенита при ступенчатой закалке стали 20Cr2Mn2SiNiMo</b> Майсурадзе М.В., Куклина А.А., Назарова В.В. ....	53
<b>Особенности терморекционной способности электролитических никелевых покрытий с различной морфологией поверхности</b> Матвеева Н.С., Грызунова Н.Н. ....	67
<b>Влияние добавок Си на микроструктуру и свойства сплавов системы Al-Fe, полученных методом литья в электромагнитный кристаллизатор</b> Медведев А.Е., Жукова О.О., Шайхулова А.Ф., Мурашкин М.Ю. ....	77
<b>Акустические свойства мартенситно-старееющей стали ХМ-12 после энергетических воздействий</b> Муравьева О.В., Муравьев В.В., Волкова Л.В., Владыкин А.Л., Белослудцев К.Ю. ....	87
<b>Качество обработки поверхности и эффективность резания в кунжутном масле во время механической обработки: регрессионный анализ</b> Шайлеш Рао А. ....	101
<b>Сравнительный анализ химического состава и механических свойств различных участков сварного соединения дюралюмина, полученного сваркой трением с перемешиванием</b> Щапов Г.В., Казанцева Н.В. ....	113
<b>НАШИ АВТОРЫ</b> .....	121

---

## CONTENT

<b>Influence of high-pressure torsion on the structure and mechanical properties of Zn–1%Fe–5%Mg zinc alloy</b> Abdrakhmanova E.D., Khafizova E.D., Polenok M.V., Nafikov R.K., Korznikova E.A. ....	9
<b>The influence of preliminary plasma treatment of the 09G2S steel surface on the formation of a coating as a result of hot galvanizing</b> Bondareva O.S., Dobychina O.S., Kukankov L.S., Korotkova Yu.N., Tretyakov V.A. ....	23
<b>Low-cycle fatigue of 10 % Cr steel with high boron content at room temperature</b> Brazhnikov I.S., Fedoseeva A.E. ....	33
<b>Influence of tool geometry on the formation of welded joint during friction stir welding of the AA5083 aluminum alloy</b> Zybin I.N., Buzyreva D.A. ....	43
<b>The study of transformations of supercooled austenite during step quenching of 20Cr2Mn2SiNiMo steel</b> Maisuradze M.V., Kuklina A.A., Nazarova V.V. ....	53
<b>Features of thermoreactivity of electrolytic nickel coatings with different surface morphologies</b> Matveeva N.S., Gryzunova N.N. ....	67
<b>The influence of Cu additions on the microstructure and properties of Al–Fe system alloys produced by casting into electromagnetic crystallizer</b> Medvedev A.E., Zhukova O.O., Shaikhulova A.F., Murashkin M.Yu. ....	77
<b>Acoustic properties of 15-5 PH maraging steel after energy deposition</b> Muravieva O.V., Muraviev V.V., Volkova L.V., Vladykin A.L., Belosludtsev K.Yu. ....	87
<b>Surface finish and cutting efficiency in gingelly oil during machining: regression analysis</b> Shailesh Rao A. ....	101
<b>Comparative analysis of the chemical composition and mechanical properties of duralumin welded joint produced by friction stir welding</b> Shchapov G.V., Kazantseva N.V. ....	113
<b>OUR AUTHORS</b> .....	121



## Влияние интенсивной пластической деформации кручением на структуру и механические свойства цинкового сплава Zn–1%Fe–5%Mg

© 2024

*Абдрахманова Эльмира Дамировна*<sup>1</sup>, студент*Хафизова Эльвира Динифовна*<sup>\*2</sup>, кандидат технических наук, доцент кафедры материаловедения и физики металлов, старший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях»*Поленок Милена Владиславовна*<sup>3</sup>, студент*Нафиков Руслан Камилович*<sup>4</sup>, младший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях»*Корзникова Елена Александровна*<sup>5</sup>, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры материаловедения и физики металлов,заведующий научно-исследовательской лабораторией «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях»  
*Уфимский университет науки и технологий, Уфа (Россия)*\*E-mail: KhafizovaED@uust.ru,  
ela.90@mail.ru<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0009-2775-7488><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4618-412X><sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9774-1689><sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1280-6258><sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5975-4849>

Поступила в редакцию 27.06.2023

Принята к публикации 06.03.2024

**Аннотация:** В настоящее время ведутся поиски новых материалов для временных имплантатов, способных растворяться в организме, что приводит к исчезновению потребности в повторной операции. В последнее десятилетие интерес ученых был сосредоточен на материалах на основе цинка, так как он, в отличие от других металлов, имеет подходящую скорость коррозии и хорошую биосовместимость. В работе описан эксперимент по изучению влияния деформации на микроструктуру, прочностные и коррозионные свойства сплава системы Zn–Fe–Mg. Проведен энергодисперсионный анализ и расчет объемной доли второй фазы цинкового сплава Zn–Fe–Mg. Гравиметрическим методом исследованы коррозионные свойства цинкового сплава Zn–Fe–Mg с разной микроструктурой (до и после интенсивной пластической деформации кручением) в условиях, имитирующих условия внутри живого организма (температура, состав коррозионной среды). В ходе испытаний определен механизм протекания коррозии, рассчитаны ее скорость и потеря массы образцов. Проведены исследования рельефа коррозионной поверхности методом растровой электронной микроскопии. Установлено, что разрушение материала в коррозионной среде происходит по матрице, содержащей активный металл Mg. Результаты расчетов скорости коррозии у исходного и ИПДК-образцов отличались из-за более равномерного распределения частиц второй фазы во время интенсивной пластической деформации. В данной работе методом легирования цинка железом и магнием, а также применением интенсивной пластической деформации кручением получилось повысить микротвердость образцов до 239,6±8 HV, что является высоким показателем для цинковых сплавов.

**Ключевые слова:** цинковые сплавы; Zn–Fe–Mg; биodeградируемые имплантаты; интенсивная пластическая деформация кручением; биосовместимые материалы.

**Благодарности:** Исследования выполнены за счет средств гранта в области науки из бюджета Республики Башкортостан для государственной поддержки молодых ученых (НОЦ-ГМУ-2022, Соглашение № 1 от 13.12.2022).

Работа Корзниковой Е.А., Нафикова Р.К. выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования РФ в рамках государственного задания на оказание государственных услуг ФГБОУ ВО УУНиТ (соглашение № 075-03-2024-123/1) «Молодежная научно-исследовательская лаборатория НОЦ "Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях"».

Исследовательская часть работы выполнена с использованием оборудования ЦКП «Нанотех» ФГБОУ ВО УУНиТ.

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

**Для цитирования:** Абдрахманова Э.Д., Хафизова Э.Д., Поленок М.В., Нафиков Р.К., Корзникова Е.А. Влияние интенсивной пластической деформации кручением на структуру и механические свойства цинкового сплава Zn–1%Fe–5%Mg // *Frontier Materials & Technologies*. 2024. № 2. С. 9–22. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-1.

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время биodeградируемые материалы рассматривают в качестве временных имплантатов для остеосинтеза и стентирования сосудов. Биodeградируе-

мые материалы обладают определенными преимуществами по сравнению с традиционно применяемыми в медицине материалами для имплантатов за счет своей способности растворяться в организме. В ходе исследований было обнаружено, что цинковые сплавы обладают

лучшими механическими и коррозионными свойствами, нежели материалы на основе магния и железа, которые изучались ранее.

Цинк является необходимым ионом во многих клеточных и биохимических процессах, а также способствует ускоренному заживлению ран [1], тем самым сокращая время восстановления организма в постоперационный период. Чистый цинк – достаточно хрупкий материал с низкой твердостью ( $38,24 \pm 1,06$  HV), и в чистом виде рассматривать его в качестве материала для производства имплантатов невозможно. Легирование – один из основных эффективных методов улучшения комплексных свойств чистого Zn. Обязательным требованием к легирующим элементам материала для изготовления медицинских имплантатов является их нетоксичность. Интересным сочетанием является легирование Fe и Mg, так как они представляют собой биodeградируемые металлы и при этом упрочняют сплав [2]. *In vitro* исследования магниевых сплавов показали, что продукты коррозии Mg не губительны для клеток [2], в случае сплава Zn–Mg [3] выживаемость клеток мышей MC3T3-E1 выше, а Zn–Fe оказался цитотоксичным, хотя человеческие эндотелиальные клетки пуповины HUVECs оказались с ним биосовместимы [3].

Железо в твердом состоянии обладает незначительной растворимостью в матрице Zn, что приводит к образованию крупных частиц второй фазы и оказывает упрочняющий эффект на сплав [4], именно поэтому в настоящей работе Fe был выбран как один из легирующих металлов. В диаграмме состояния Zn–Fe равновесный фазовый состав при комнатной температуре состоит из Zn и FeZn<sub>13</sub> из-за незначительной растворимости Fe в Zn в твердом состоянии [5]. Цинковый сплав Zn–0,4Fe демонстрирует хорошие механические свойства и биосовместимость, однако сообщается, что при увеличении содержания железа в сплаве до 2,5 % резко падают значения пластичности из-за увеличения объемной доли интерметаллидной фазы [6]. Цинковый сплав Zn–Mg–Fe показал хорошую совместимость в *in vivo* исследованиях на собаках породы бигль [7]. Пластины для остеосинтеза были помещены в лобную кость, нижнюю челюсть и бедренную кость. Сплав Zn–Mg–Fe деградировал равномерно, без существенных различий в скорости деградации имплантатов лобной кости, нижней челюсти и бедренной кости. Скорость коррозии достигала примерно 0,183 мм/год в первые 3 месяца, а затем, спустя 12 месяцев, снижалась примерно до 0,065 мм/год [7].

Магний также является важным катионом, играющим решающую роль во многих физиологических функциях, поэтому он был выбран как один из легирующих металлов. Ранее был разработан сплав с концентрациями магния от 0,15 до 3,0 вес. % [8]. Увеличение

содержания Mg повысило значения микротвердости и предел прочности при растяжении сплавов Zn–Mg, так как увеличилась объемная доля твердой интерметаллической фазы Mg<sub>2</sub>Zn<sub>11</sub>. Сплавы системы Zn–Mg имеют структуру, состоящую из первичного цинка и междендритной эвтектической смеси. Такая структура обеспечивает механическую прочность, сравнимую с прочностью человеческой кости [9]. В мелкозернистых сплавах наблюдалось изменение механизма протекания коррозии от точечной к более равномерной благодаря измельчению второй фазы. С увеличением количества Mg в составе сплава Zn–Mg увеличивается его цитосовместимость и наблюдается более равномерная коррозия, в то время как в сплаве с железом наблюдалась локализованная коррозия [3].

Методом легирования и интенсивной пластической деформацией можно повысить прочностные свойства сплава и регулировать скорость коррозии за счет изменения параметров структуры. Контроль скорости разрушения материала является одной из важных задач, так как продукты коррозии не должны превышать предельно допустимую концентрацию в организме человека. Имплантат не должен разрушаться до полного восстановления костной ткани, а стент – до восстановления сосуда. Известно, что в металле после обработки методом интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) формируется мелкозернистая структура, а измельчение зерна приводит к улучшению механических свойств [10].

В настоящее время мало исследован сплав системы Zn–Fe–Mg. В работе исследуется сплав Zn–1%Fe–5%Mg, подвергнутый ИПДК.

Цель работы – изучение влияния интенсивной пластической деформации кручением на структуру и механические свойства цинкового сплава Zn–1%Fe–5%Mg.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материалом исследования является сплав Zn–1%Fe–5%Mg (таблица 1). Химический состав определялся на рентгеновском флуоресцентном спектрометре Thermo Scientific ARL Optim’X. Плавка велась в камерной печи в графитовом тигле диаметром 20 мм с крышкой при температуре 580 °С. Далее образцы подвергались гомогенизационному отжигу при температуре 350 °С в течение 12 ч.

На электроэрозионном станке с ЧПУ АРТА 120 были нарезаны диски диаметром 20 мм и толщиной 1,8 мм. Диски шлифовались на водоустойчивой шлифовальной бумаге различной зернистости. Далее образцы

Таблица 1. Химический состав сплава Zn–1%Fe–5%Mg, вес. %  
Table 1. Chemical composition of the Zn–1%Fe–5%Mg alloy, wt. %

Доля химических элементов, вес. %			
Zn	Fe	Mg	Остальное
92,72±0,13	0,911±0,045	5,32±0,11	1,049±0,030



подвергались интенсивной пластической деформации кручением на установке СКРУДЖ-200 при комнатной температуре с давлением верхнего бойка 6 ГПа. Число оборотов кручения – 0,5–10. При деформации кручением исходный и полученные образцы имели форму дисков. Были исследованы образцы в исходном состоянии и после деформации.

Статические испытания на растяжение проводились на малых образцах (рис. 1) на электромеханической измерительной системе Instron 5982 при комнатной температуре и скорости 0,24 мм/мин. Длина образцов для испытаний составила 10 мм, толщина 0,8 мм, толщина шейки 1 мм.

Микротвердость деформированных образцов определяли на твердомере EMCO-Test DuraJet 10 по методу Виккерса (ГОСТ 9450–76) под нагрузкой 0,1 кг. Исследовались значения в 20 точках с шагом 1 мм по всему диаметру образца.

Исследования структуры, рельефа коррозионной поверхности и анализ методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) проводились на растровом электронном микроскопе JEOL JSM-6490LV.

Для исследования структуры образцы предварительно травились в 15%-м растворе серной кислоты в течение 10 с. Вычисления объемной доли второй фазы в сплавах цинка выполнялись в программе ImageJ.

Коррозионные испытания проводились в течение 60 дней гравиметрическим методом в соответствии с ASTM G1-03-E. Исследовались образцы в исходном состоянии и после ИПДК на 10 оборотов. Для каждого состояния брали минимум 3 образца. Испытания заключались в выдержке образцов в коррозионной среде – растворе Рингера (состав: 8,6 г/л NaCl; 0,3 г/л KCl; 0,25 г/л CaCl<sub>2</sub>, физраствор pH 7). Испытания проходили при постоянной температуре 38±1 °С.

Образцы подвергались взвешиванию и фотофиксации до и после очистки от продуктов коррозии через каждые 2 суток. Очистка от продуктов коррозии проводилась в растворе оксида хрома VI (200 г реагента на 1000 мл дистиллированной воды), затем в дистиллированной воде с применением ультразвуковой ванны KAISI-105. После очистки образцы подвергались сушке и взвешиванию на электронных весах EJ-123, обеспе-

чивающих точность измерения до 0,01 мг. После очистки от продуктов коррозии и взвешивания образцы продолжали выдерживать в коррозионной среде. Поверхность образцов более внимательно изучали методом растровой электронной микроскопии каждые 14 дней.

Скорость коррозии  $CR$  мм/год рассчитывали согласно ASTM G3–63592 по формуле:

$$CR = \frac{87,6 (M_0 - M_1)}{St\rho},$$

где  $CR$  – скорость коррозии, мм/год;  
 $S$  – площадь поверхности образца, см<sup>2</sup>;  
 $M_0$  – исходная масса, мг;  
 $M_1$  – масса после погружения, мг;  
 $t$  – время выдержки, ч;  
 $\rho$  – плотность металла, г/см<sup>3</sup>.

Потеря массы в % рассчитывалась по формуле:

$$ML = \frac{(M_0 - M_1)}{M_0} \cdot 100 \%,$$

где  $ML$  – потеря массы, %.

Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводился на настольном рентгеновском дифрактометре D2 Phaser с CuK $\alpha$ -излучением при 30 кВ и 10 мА с шагом съемки 0,02° и скоростью сканирования 1 °/мин. Рентгенофазовый анализ (РФА) полученных рентгенограмм осуществляли в программном пакете Diffrac.Eva.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### Исследование структуры и микротвердости

Полученный сплав в исходном состоянии имел высокие значения микротвердости (210±4,6 HV). Образцы после ИПДК показали неравномерное распределение микротвердости по всему диаметру. Средние значения микротвердости после ИПДК представлены на рис. 2, где после 2 оборотов кручения наблюдается незначительное повышение микротвердости до 239,6±8 HV.

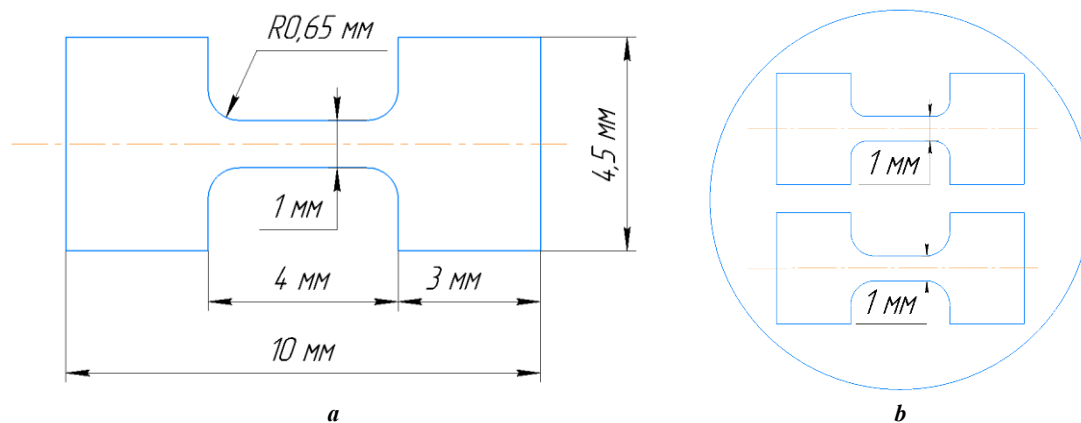


Рис. 1. Форма малых образцов для испытаний на статическое растяжение:

*a* – чертеж; *b* – схема расположения образцов на диске

Fig. 1. Shape of small samples for static tension tests: *a* – drawing; *b* – layout of samples on the disk

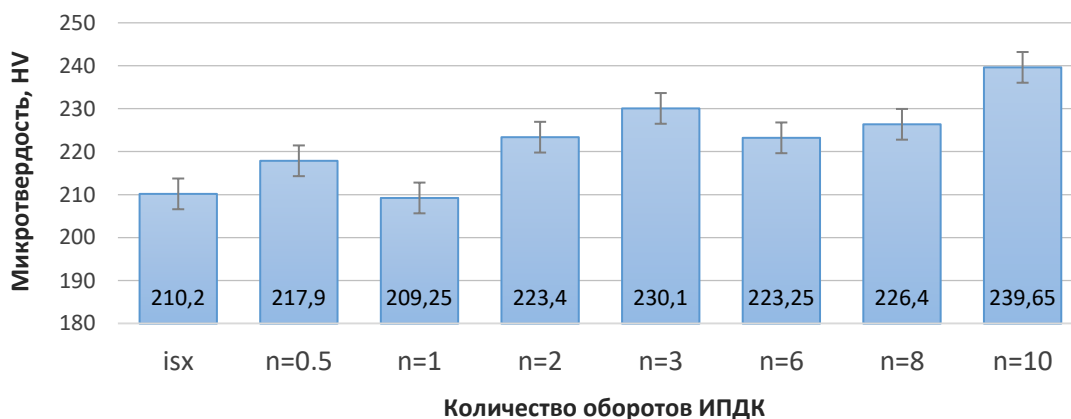


Рис. 2. Микротвердость образцов Zn–1%Fe–5%Mg после ИПДК с различным количеством оборотов  
 Fig. 2. Microhardness of Zn–1%Fe–5%Mg samples after HPT with different number of revolutions

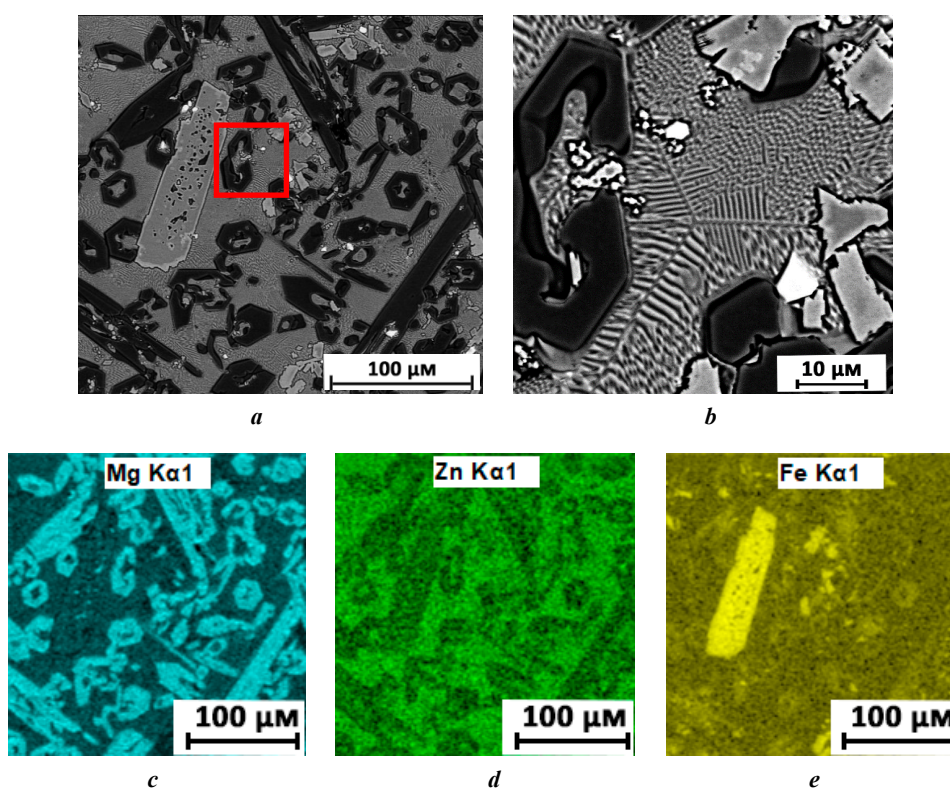
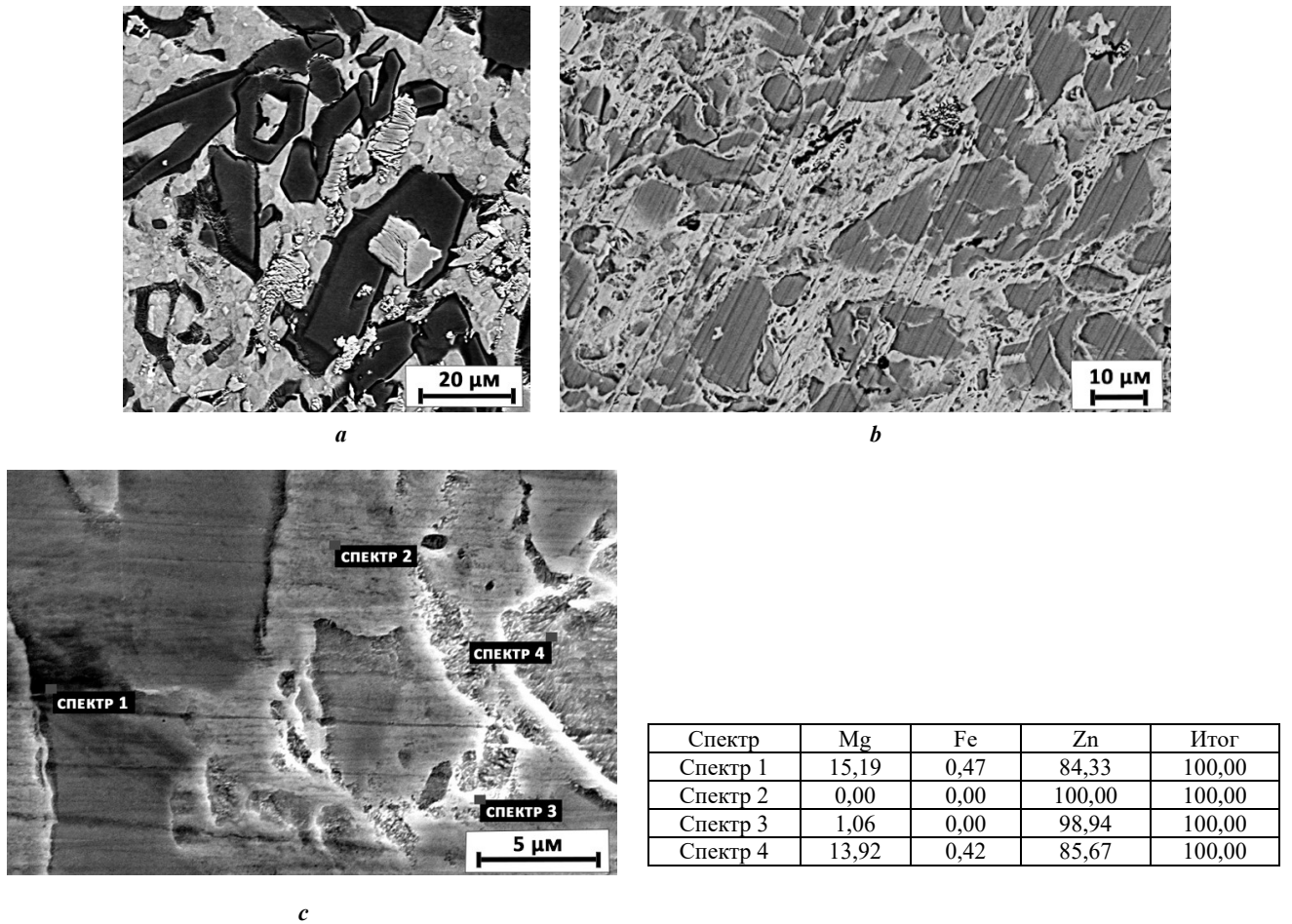


Рис. 3. Структура цинкового сплава Zn–1%Fe–5%Mg в исходном состоянии (a, b) и EDS-анализ сплава Zn–1%Fe–5%Mg (c–e)  
 Fig. 3. Structure of the Zn–1%Fe–5%Mg zinc alloy in the initial state (a, b) and EDS analysis of the Zn–1%Fe–5%Mg alloy (c–e)

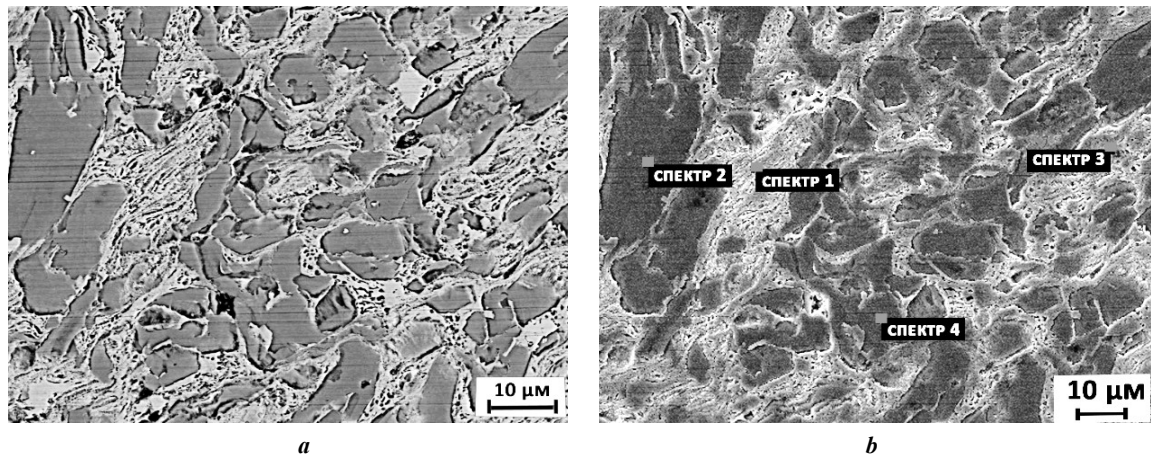
Исследования структуры показали, что в исходном состоянии (рис. 3 а) сплав состоит из эвтектической матрицы с мелкопластинчатой структурой  $\alpha$ -Zn и  $Mg_2Zn_{11}$  (рис. 3 b), крупных фаз  $FeZn_{11}$  и  $FeZn_{13}$  (светлые элементы неправильной формы, далее  $FeZn_y$ ) и с содержанием Fe и Mg (темные элементы неправильной формы), что подтверждается ЭДС-анализом (рис. 3 с–е).

Структура образцов после ИПДК подверглась изменению. Матрица полностью измельчилась, мелкопластинчатая структура трансформировалась в ультрамелкозернистую  $Mg_2Zn_{11}$ . Размер зерна составил около 1 мкм после 2 оборотов (рис. 4 а). Произошло раздроб-

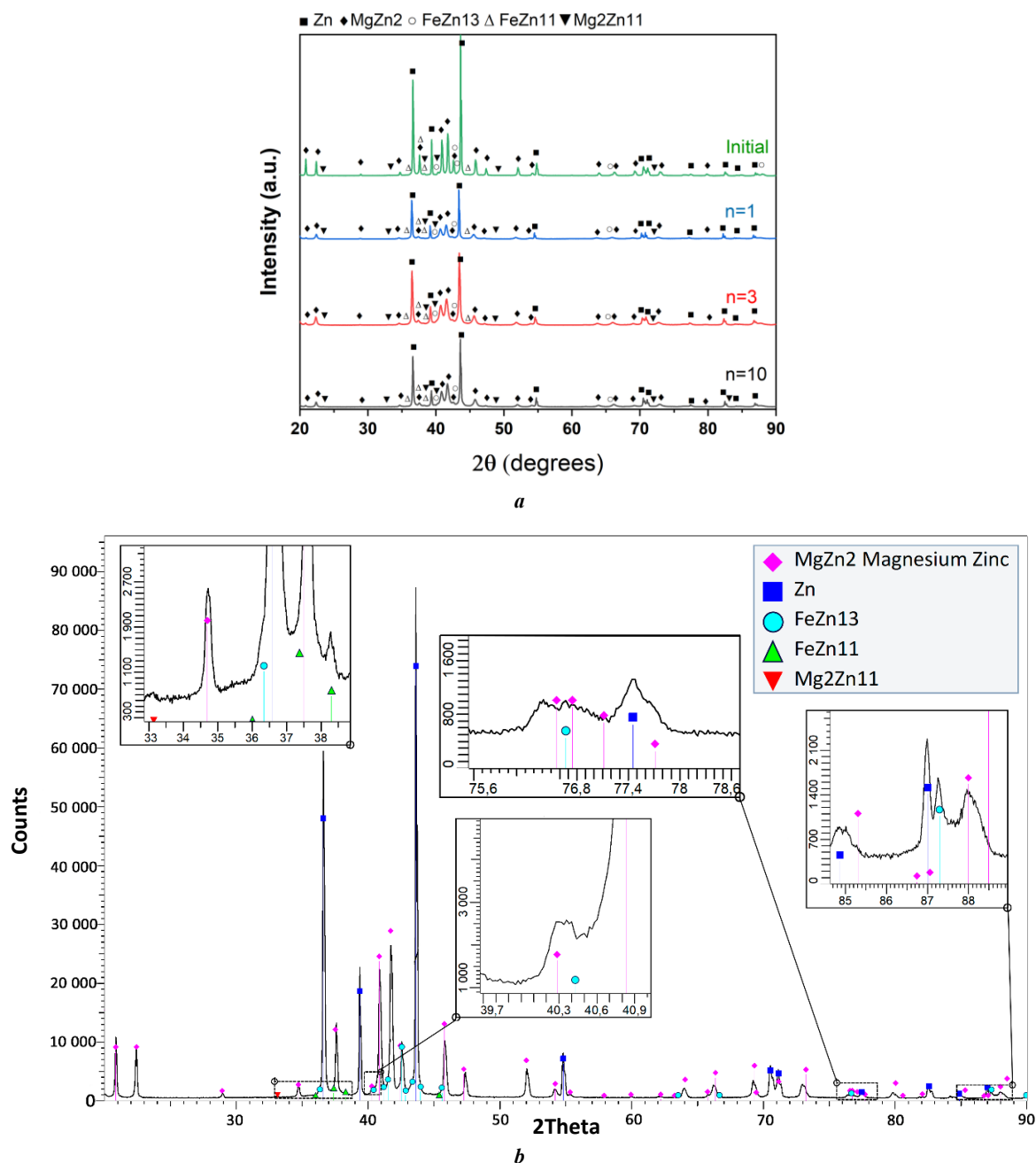
ление твердых фаз Fe–Mg и  $FeZn_y$  (рис. 4 б). Результаты ЭДС-анализа (рис. 4 с) показали, что темно-серые участки – это фаза Fe–Mg, а светло-серые – чистый цинк. После 8 оборотов наблюдалось дальнейшее измельчение твердых фаз и их распределение по всему объему образца (рис. 5). Объемная доля второй фазы не изменилась в процессе деформации. Анализ дифрактограмм показал (рис. 6 а), что все рентгеновские спектры характеризуются одинаковым набором интенсивных пиков и что выявленные рефлексы относятся к фазам Zn,  $FeZn_{11}$  и  $FeZn_{13}$ ,  $MgZn_2$  и  $Mg_2Zn_{11}$ . Наблюдается количественное изменение соотношения интенсивностей пиков (рис. 6 а),



**Рис. 4.** Структура цинкового сплава Zn–1%Fe–5%Mg после ИПДК на 2 оборота:  
*a* – РЭМ-изображение при увеличении  $\times 3000$ ; *b* – РЭМ-изображение при увеличении  $\times 1000$ ; *c* – EDS-анализ сплава Zn–1%Fe–5%Mg  
**Fig. 4.** Structure of the Zn–1%Fe–5%Mg zinc alloy after HPT for 2 revolutions:  
*a* – SEM image at  $\times 3000$  magnification; *b* – SEM image at  $\times 1000$  magnification; *c* – EDS analysis of the Zn–1%Fe–5%Mg alloy



**Рис. 5.** Структура цинкового сплава Zn–1%Fe–5%Mg после ИПДК на 8 оборотов:  
*a* – РЭМ-изображение; *b* – EDS-анализ сплава Zn–1%Fe–5%Mg  
**Fig. 5.** Structure of the Zn–1%Fe–5%Mg zinc alloy after HPT for 8 revolutions:  
*a* – SEM image; *b* – EDS analysis of the Zn–1%Fe–5%Mg alloy



**Рис. 6.** Рентгенограммы цинкового сплава Zn-1%Fe-5%Mg: **a** – до и после ИПДК; **b** – исходный  
**Fig. 6.** X-ray diffraction patterns of the Zn-1%Fe-5%Mg zinc alloy: **a** – before and after HPT; **b** – initial

формы профиля, положений центров тяжести рентгеновских пиков по сравнению с рентгенограммами соответствующего исходного состояния (рис. 6 б). Обнаружена повышенная интегральная интенсивность диффузного фона рассеяния (рис. 6–8), что свидетельствует об изменениях в выявленных фазах и протекании фазовых переходов в исследуемом сплаве в результате ИПДК-обработки.

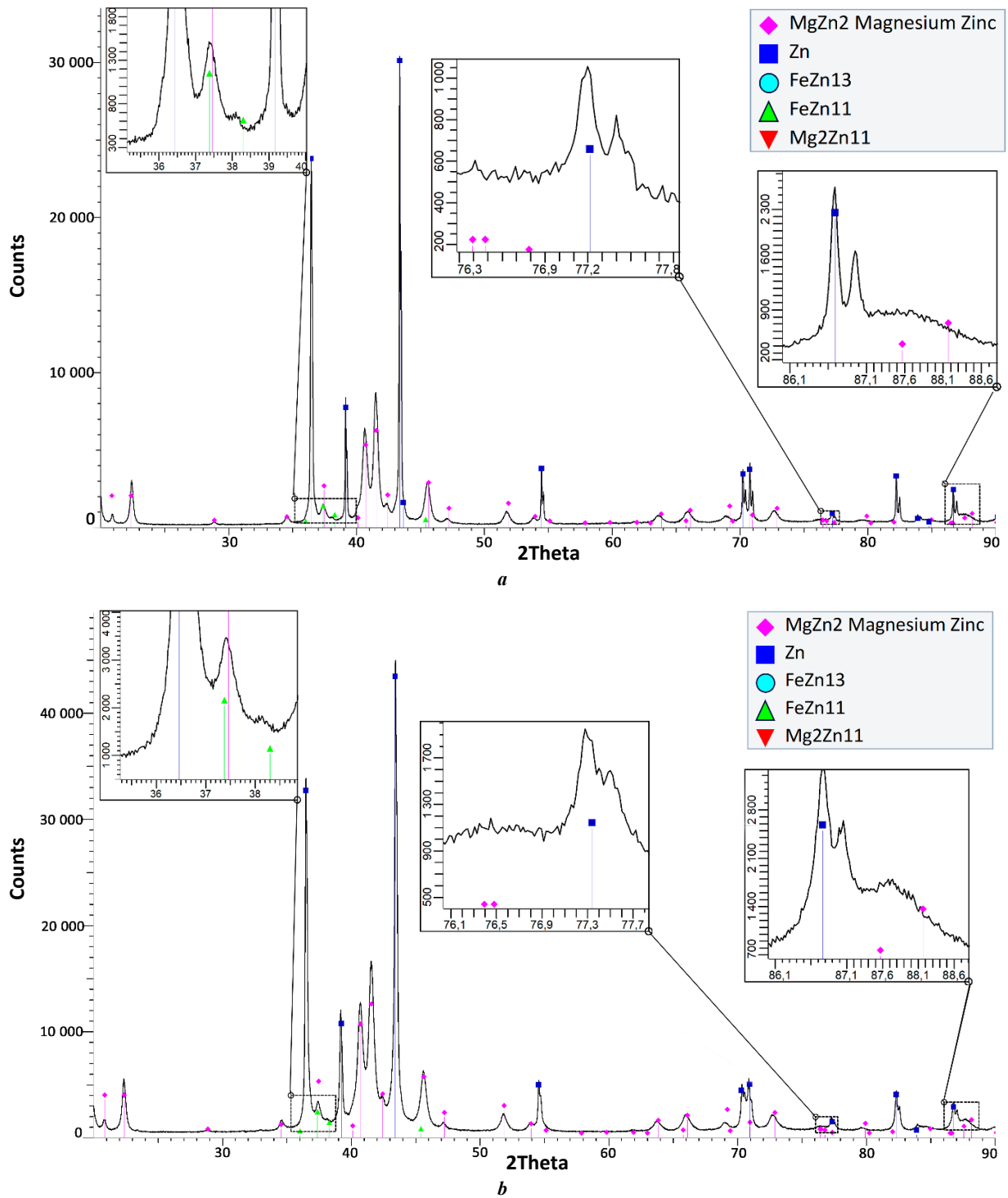
После 0,5 оборота ИПДК наблюдаются крупные частицы размером примерно 40 мкм, большинство имеют продолговатую форму и вытянуты вдоль одного направления. После 3 оборотов структура начинает существенно меняться. Частицы второй фазы измельчаются и распределяются по всему объему. В образце,

прошедшем 8 оборотов деформации кручением, частицы второй фазы измельчились в среднем до 20 мкм (рис. 5 а), а после 10 оборотов – до 10 мкм.

### Коррозионные свойства

Коррозионное разрушение цинкового сплава обусловлено его неоднородностью по химическому и фазовому составу. В таблице 2 представлено влияние фактора Рингера в течение 60 дней на структуру исходного образца и образца после ИПДК на 10 оборотов. Наблюдается увеличение площади корродируемой поверхности при увеличении продолжительности влияния раствора на образцы, а также углубление коррозии в глубь материала, что коррелирует с потерей массы





**Рис. 7.** Рентгенограммы цинкового сплава Zn-1%Fe-5%Mg: **а** – после ИПДК 1 на оборот; **б** – после ИПДК на 3 оборота  
**Fig. 7.** X-ray diffraction patterns of the Zn-1%Fe-5%Mg zinc alloy: **a** – after HPT for 1 revolution; **b** – after HPT for 3 revolutions

образцов, представленных в таблице 3. На 10-е сутки на исходном образце начали образовываться заметные поры, которые с течением времени стали крупнее. На рис. 9 представлены снимки структуры после 56 дней коррозионных испытаний, где твердые частицы в исходном состоянии (рис. 9 а) не реагируют с раствором, происходит интеркристаллитная коррозия, когда активный металл, в нашем случае Mg, входит в состав матрицы, разделяющей кристаллические зерна металла. Коррозия в исходном образце происходит в местах, где сосредоточен Mg.

У подвергнутого ИПДК образца подобные впадины наблюдаются после 28 суток. В деформированном образце коррозия протекает визуально более равномерно (таблица 2 и рис. 9 б), и потеря массы происходит немного быстрее, чем у исходного (таблица 3). Вследствие интенсивной пластической деформации вторая фаза, содержащая Fe-Mg, измельчается и распределяется по всему объему образца. Измельчение структурных элементов методом интенсивной пластической деформации способствует более равномерной коррозии. Скорость коррозии

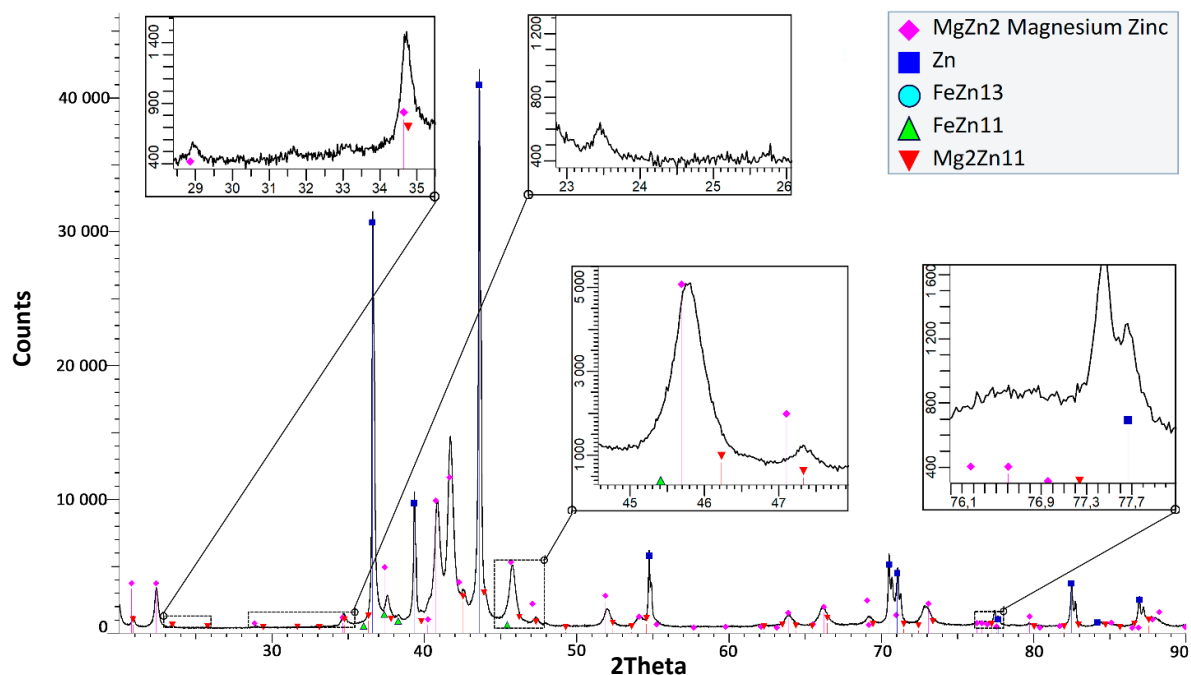


Рис. 8. Рентгенограммы цинкового сплава Zn–1%Fe–5%Mg после ИПДК на 10 оборотов  
 Fig. 8. X-ray diffraction patterns of the Zn–1%Fe–5%Mg zinc alloy after HPT for 10 revolutions

Таблица 2. Фотографии поверхности образцов после очистки в ходе коррозионных испытаний  
 Table 2. Photographs of the surface of samples after cleaning during corrosion tests

Состояние	Продолжительность испытаний				
	2 суток	10 суток	25 суток	40 суток	60 суток
Исходный					
После ИПДК на 10 оборотов					

исходного образца на 40-й день испытаний составила 0,08 мм/год, на 70-й и 90-й день – 0,13 мм/год. Скорость коррозии образца после ИПДК на 40-й день составляла 0,09 мм/год, на 70-й и 90-й день – 0,15 мм/год.

В центре всех ИПДК-образцов наблюдаются ямки, уходящие вглубь (рис. 10 а), коррозия протекает рав-

номерно на большей площади образца (рис. 10 б). При интенсивной пластической деформации кручением формируется неоднородная структура по диаметру образца. Зерна приобретают вытянутую в направлении кручения форму, так как угловая скорость вращения бойка становится больше при удалении от центра

Таблица 3. Потеря массы образцов во время коррозионных испытаний  
Table 3. Mass loss of samples during corrosion tests

Состояние	Продолжительность испытаний				
	1 сутки	10 суток	25 суток	40 суток	60 суток
Исходный	0,55 %	1,55 %	2,21 %	2,88 %	4,31 %
После ИПДК на 10 оборотов	0,50 %	1,63 %	2,50 %	3,50 %	5,00 %

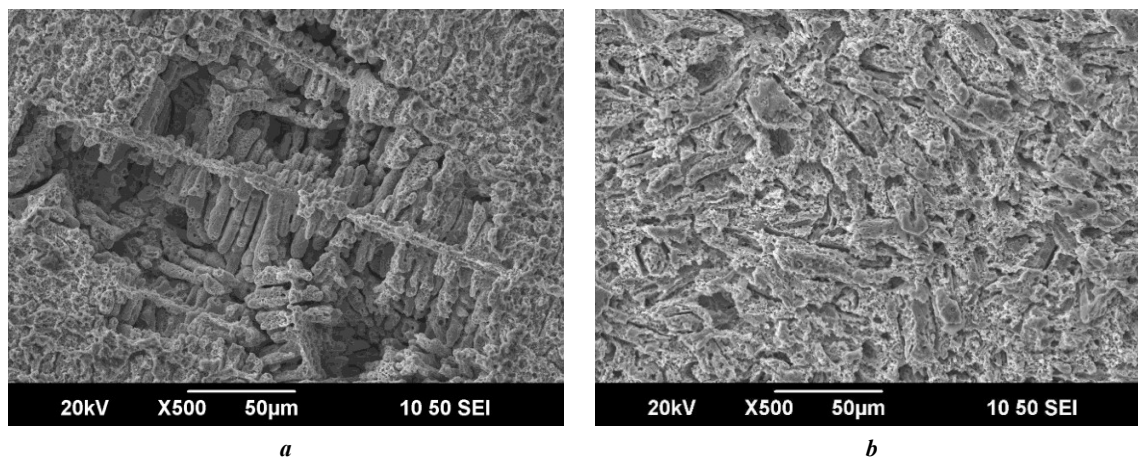


Рис. 9. РЭМ-изображения поверхности образцов сплава Zn–1%Fe–5%Mg спустя 56 дней коррозионных испытаний:

a – исходный; b – образец после 10 оборотов ИПДК

Fig. 9. SEM images of the surface of samples of the Zn–1%Fe–5%Mg zinc alloy after 56 days of corrosion tests:

a – initial; b – sample after 10 revolutions of HPT

образца, что влияет на степень деформации материала и, соответственно, на размер структурных элементов и их ориентации.

Во время нахождения образцов в растворе Рингера газовыделения отсутствовали.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

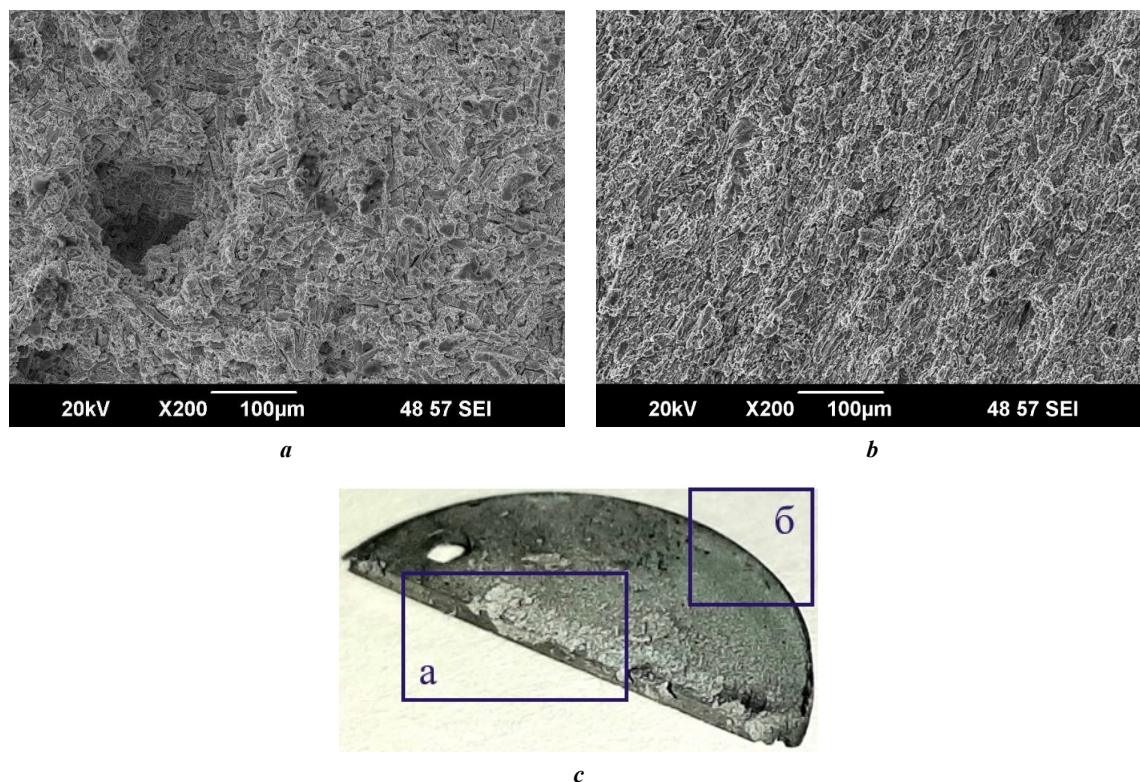
В исходном состоянии сплав состоит из эвтектической матрицы с мелкопластинчатой структурой  $\alpha$ -Zn и  $Mg_2Zn_{11}$  (рис. 3 б), что также подтверждается PCA (рис. 6 а). Согласно фазовой диаграмме Zn–Mg [11], при охлаждении Zn–Mg жидкостью, содержащей 1 мас. % Mg, примерно до 410 °С из жидкости сначала выделяется фаза Zn. Затем при 364 °С появляется интерметаллид  $Mg_2Zn_{11}$ . Таким образом по границам зерен Zn образовались эвтектики, содержащие Zn и  $Mg_2Zn_{11}$ . Это согласуется с результатами, полученными в [12; 13]. Были обнаружены некоторые небольшие пики  $MgZn_2$  (рис. 6 б), что, вероятно, связано с неравновесным затвердеванием сплавов Zn–Mg во время литья. Переохлаждение междендритной жидкости и отклонение от равновесной диаграммы состояния могут привести к выделению интерметаллида  $MgZn_2$  в этом сплаве. Подобную структуру наблюдали в [14], где присутство-

вала эвтектика Zn+ $Mg_2Zn_{11}$ , игольчатая фаза  $FeZn_{13}$  и дендритная матричная фаза Zn.

В исследуемом нами сплаве Zn–1%Fe–5%Mg также наблюдались светлые крупные частицы неправильной формы  $FeZn_{11}$  и  $FeZn_{13}$ . PCA обнаружил две фазы, но в структуре мы не смогли их разделить, поэтому оставили обозначение  $FeZn_y$ . Данный элементный состав также подтверждает ЭДС-анализ. Кроме данной крупной фазы в структуре присутствуют фазы темного цвета с содержанием Fe и Mg (рис. 3 с–е), но в базе данных программы, установленной на дифрактометре, нет карточек с таким содержанием.

В фазовой диаграмме Zn–Fe диапазон температур образования  $FeZn_{13}$  по перитектической реакции очень широкий и простирается от 530 °С до комнатной температуры, что может являться причиной роста частиц  $FeZn_{13}$  [14].

После интенсивной пластической деформации происходит раздробление твердых фаз Fe–Mg и  $FeZn_y$ , матрица полностью измельчается. Мелкопластинчатая структура трансформируется в ультрамелкозернистую с размером зерна около 1 мкм после 2 оборотов (рис. 4 а). Наблюдается количественное изменение соотношения интенсивностей пиков фаз Zn,  $FeZn_{11}$  и  $FeZn_{13}$ ,  $MgZn_2$  и  $Mg_2Zn_{11}$  (рис. 6 а), формы профиля, положений центров



**Рис. 10.** Структура образца, прошедшего 10 оборотов ИПДК, после 90 дней коррозионных испытаний: *a* – центральная часть образца; *b* – край с измененной текстурой; *c* – макроскопическое изображение образца  
**Fig. 10.** The structure of the sample subjected to 10 revolutions of HPT after 90 days of corrosion tests: *a* – central part of the sample; *b* – edge with changed texture; *c* – macroscopic image of the sample

тяжести рентгеновских пиков, а также повышенной интегральной интенсивности диффузного фона рассеяния (рис. 7, 8) по сравнению с рентгенограммами соответствующего исходного состояния (рис. 6 б). Это свидетельствует об изменениях в выявленных фазах и протекании в результате ИПДК-обработки фазовых переходов в исследуемом сплаве.

Заметного прироста микротвердости после ИПДК цинкового сплава не наблюдается, но, в отличие от чистого цинка [15] и других цинковых сплавов [16], твердость рассмотренного  $Zn-1\%Fe-5\%Mg$  самая высокая и достигает 210–240 HV благодаря легированию Mg и Fe. Исследования в настоящей работе подтверждают, что добавление Mg и Fe в цинковый сплав способствует значительному увеличению значений твердости. При этом образцы становятся очень хрупкими.

Основным механизмом деформации является скольжение дислокаций. В работе [14] были сделаны замеры микротвердости фаз  $FeZn_{13}$  и  $Mg_2Zn_{11}$ , которые составляют  $243 \pm 8$  HV и  $110 \pm 5$  HV соответственно при микротвердости Zn  $76,1 \pm 2$  HV, что приводит к деформационной несовместимости на границе раздела фаз. Вблизи границы раздела фаз происходит концентрация напряжений и энергии, что вызывает скольжение дислокаций и аномальное превращение, обусловленные диффузией на движущихся дефектах (дислокациях, границах зерен) [17], а в дальнейшем – динамическую рекристаллизацию фазы  $Mg_2Zn_{11}$ . Часть запасенной энергии также высвободилась в результате фрагментации фазы  $FeZn_{13}$ .

Отсутствие газовыделений на поверхности образцов в ходе коррозионных испытаний согласуется с [14; 18]. При нахождении образцов в растворе Рингера pH коррозионной среды с течением времени постепенно увеличивался, что говорит о поглощении ионов водорода в растворе, поэтому раствор часто обновляли в ходе эксперимента – каждые 48 ч. Подобный метод испытаний погружением, где очистка образцов проводится каждые 24–48 ч с последующим повторным помещением в коррозионную среду, использовался также в работах [19; 20]. Данный метод позволяет оценить скорость потери массы и скорость коррозии за любой временной промежуток в течение 90 дней. Однако данный метод не учитывает образование защитной пленки и изменение скорости коррозии вследствие пассивации, поэтому нами запланировано проведение непрерывных испытаний на погружение.

Коррозия цинкового сплава значительно выше, чем у чистого цинка, что вызвано высокой разностью потенциалов между  $Mg_2Zn_{11}$  и  $FeZn_{13}$ . Коррозионные разрушения материала зависят от активности металла, они легко вступают в реакцию, так как легко расстаются с электронами на внешнем энергетическом уровне. Степень активности металла характеризуется соответствующим электрохимическим рядом напряжений металлов. Среди элементов Zn (–0,76), Fe (–0,440), Mg (–2,363) цинкового сплава Mg является наиболее активным. Коррозия происходит в местах, где сосредоточен Mg, так как он имеет более электроотрицательный потенциал, поэтому действует как анодные центры и растворяется



быстрее [21; 22]. Частицы  $\text{FeZn}_{13}$  являются катодными и ускоряют растворение  $\text{Zn}$  и  $\text{Mg}$ -содержащих фаз [23]. Как и в исследовании [24], наблюдается ускорение коррозионных процессов в образцах после ИПДК. Формирование неоднородной структуры в образце согласуется с [25]. Образование заметных коррозионных ям в центре ИПДК-образцов обусловлено разной кристаллографической ориентацией зерен в металле с ГПУ-решеткой. О подобной зависимости также сообщалось в работах [26; 27].

Исследование механических свойств и микроструктуры цинкового сплава позволяют оценить перспективы его дальнейшего исследования *in vitro* и *in vivo* для применения в качестве материала для изготовления медицинских имплантатов.

## ВЫВОДЫ

В результате обработки сплава  $\text{Zn-1\%Fe-5\%Mg}$  интенсивной пластической деформацией кручением были получены образцы с высокими значениями твердости (до 239 МПа), но весьма хрупкие.

Структура цинкового сплава является многофазовой, в ней присутствуют твердые частицы  $\text{FeZn}_{11}$ ,  $\text{FeZn}_{13}$  и  $\text{Mg-Fe}$ , которые при ИПДК разрушаются и частично растворяются. Твердые фазы находятся в матрице  $\text{Zn}$  и  $\text{Mg}_2\text{Zn}_{11}$ , которая в процессе ИПДК трансформируется в равноосные зерна размером 1 мкм.

Применение ИПДК не приводит к существенным изменениям скорости коррозии, но приводит к более равномерной коррозии по объему образца. Исключение составляет центр с менее проработанной структурой, где наблюдается интенсивное углубление.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Kogan S., Sood A., Granick M.S. Zinc and Wound Healing: A Review of Zinc Physiology and Clinical Applications // *Wounds*. 2017. Vol. 29. № 4. P. 102–106.
- Lin Mao, Li Shen, Jiahui Chen et al. A promising biodegradable magnesium alloy suitable for clinical vascular stent application // *Scientific Reports*. 2017. Vol. 7. Article number 46343. DOI: [10.1038/srep46343](https://doi.org/10.1038/srep46343).
- Yang Hongtao, Jia Bo, Zhang Zechuan, Qu Xinhua, Li Guannan, Lin Wenjiao, Zhu Donghui, Dai Kerong, Zheng Yufeng. Alloying design of biodegradable zinc as promising bone implants for load-bearing applications // *Nature Communications*. 2020. Vol. 11. Article number 401. DOI: [10.1038/s41467-019-14153-7](https://doi.org/10.1038/s41467-019-14153-7).
- Shi Zhangzhi, Li Changheng, Li Meng, Li Xiangmin, Wang Luning. Second phase refining induced optimization of Fe alloying in Zn: Significantly enhanced strengthening effect and corrosion uniformity // *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*. 2022. Vol. 29. P. 796–806. DOI: [10.1007/s12613-022-2468-6](https://doi.org/10.1007/s12613-022-2468-6).
- Mita K., Ikeda T., Maeda M. Phase diagram study of Fe–Zn intermetallics // *Journal of Phase Equilibria*. 2001. Vol. 22. P. 122–125. DOI: [10.1361/105497101770338978](https://doi.org/10.1361/105497101770338978).
- Su Yingchao, Fu Jiayin, Lee Wonsae, Du Shaokang, Qin Yi-Xian, Zheng Yufeng, Wang Yadong, Zhu Donghui. Improved mechanical, degradation, and biological performances of Zn–Fe alloys as bioresorbable implants // *Bioactive Materials*. 2022. Vol. 17. P. 334–343. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.12.030](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.12.030).
- Shao Xiaoxi, Wang Xiang, Xu Fangfang et al. In vivo biocompatibility and degradability of a Zn–Mg–Fe alloy osteosynthesis system // *Bioactive Materials*. 2022. Vol. 7. P. 154–166. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.012](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.012).
- Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Mostaed A., Loffredo S., Demir A.G., Previtali B., Mantovani D., Beanland R., Vedani M. Novel Zn-based alloys for biodegradable stent applications: Design, development and in vitro degradation // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2016. Vol. 60. P. 581–602. DOI: [10.1016/j.jmbbm.2016.03.018](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2016.03.018).
- Vojtěch D., Kubásek J., Šerák J., Novák P. Mechanical and corrosion properties of newly developed biodegradable Zn-based alloys for bone fixation // *Acta Biomaterialia*. 2011. Vol. 7. № 9. P. 3515–3522. DOI: [10.1016/j.actbio.2011.05.008](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2011.05.008).
- Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // *Progress in Materials Science*. 2000. Vol. 45. № 2. P. 103–189. DOI: [10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
- Li Baoping, Dong Anping, Zhu Guoliang, Chu Shuangjie, Qian Hongwei, Hu Chengjie, Sun Baode, Wang Jun. Investigation of the corrosion behaviors of continuously hot-dip galvanizing Zn–Mg coating // *Surface and Coatings Technology*. 2012. Vol. 206. № 19–20. P. 3989–3999. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2012.03.079](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.03.079).
- Prosek T., Nazarov A., Bexell U., Thierry D., Serak J. Corrosion mechanism of model zinc–magnesium alloys in atmospheric conditions // *Corrosion Science*. 2008. Vol. 50. № 8. P. 2216–2231. DOI: [10.1016/j.corsci.2008.06.008](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.06.008).
- Xue Penghao, Ma Minglong, Li Yongjun, Li Xinggang, Yuan Jiawei, Shi Guoliang, Wang Kaikun, Zhang Kui. Microstructure, Hot Deformation Behavior, and Recrystallization Behavior of Zn–1Fe–1Mg Alloy under Isothermal Compression // *Materials*. 2021. Vol. 14. № 7. Article number 1735. DOI: [10.3390/ma14071735](https://doi.org/10.3390/ma14071735).
- Xue Penghao, Ma Minglong, Li Yongjun, Li Xinggang, Yuan Jiawei, Shi Guoliang, Wang Kaikun, Zhang Kui. Microstructure, Mechanical Properties, and In Vitro Corrosion Behavior of Biodegradable Zn–1Fe–xMg Alloy // *Materials*. 2020. Vol. 13. № 21. Article number 4835. DOI: [10.3390/ma13214835](https://doi.org/10.3390/ma13214835).
- Поленок М.В., Хафизова Э.Д., Исламгалиев Р.К. Влияние интенсивной пластической деформации на механические свойства чистого цинка // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 3-2. С. 25–31. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-2-25-31](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-2-25-31).
- Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Drelich J.W., Vedani M. Zinc-based alloys for degradable vascular stent application // *Acta Biomaterialia*. 2018. Vol. 71. P. 1–23. DOI: [10.1016/j.actbio.2018.03.005](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2018.03.005).
- Разумов И.К., Ермаков А.Е., Горностырев Ю.Н., Страумал Б.Б. Неравновесные фазовые превращения в сплавах // *Успехи физических наук*. 2019. Т. 190. № 8. С. 785–810. DOI: [10.3367/UFNr.2019.10.038671](https://doi.org/10.3367/UFNr.2019.10.038671).
- Zhang Xiaoge Gregory. Corrosion potential and corrosion current // *Corrosion and Electrochemistry of Zinc*. Boston: Springer, 1996. P. 125–156. DOI: [10.1007/978-1-4757-9877-7\\_5](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9877-7_5).
- Худододова Г.Д., Кулясова О.Б., Исламгалиев Р.К. Прочностные и коррозионные свойства УМЗ-сплава

- Mg–Zn–Ca // *Наноиндустрия*. 2022. Т. 15. № 7-8. С. 426–433. DOI: [10.22184/1993-8578.2022.15.7-8.426.433](https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.7-8.426.433).
20. Byun Jong Min, Yu Jin Min, Kim Dae Kyung, Kim Tae Yeob, Jun Woo Sung, Kim Young Do. Corrosion Behavior of Mg<sub>2</sub>Zn<sub>11</sub> and MgZn<sub>2</sub> Single Phases // *Korean Journal of Metals and Materials*. 2013. Vol. 51. № 6. P. 413–419. DOI: [10.3365/KJMM.2013.51.6.413](https://doi.org/10.3365/KJMM.2013.51.6.413).
  21. Wątroba M., Mech K., Bednarczyk W., Kawalko J., Marciszko-Wiąckowska M., Marzec M., Shepherd D.E.T., Bała P. Long-term in vitro corrosion behavior of Zn–3Ag and Zn–3Ag–0.5Mg alloys considered for biodegradable implant applications // *Materials & Design*. 2022. Vol. 213. Article number 110289. DOI: [10.1016/j.matdes.2021.110289](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110289).
  22. Bowen P.K., Shearier E.R., Shan Zhao, Guillory R.J., Feng Zhao, Goldman J., Drelich J.W. Biodegradable Metals for Cardiovascular Stents: from Clinical Concerns to Recent Zn-Alloys // *Advanced Healthcare Materials*. 2016. Vol. 5. № 10. P. 1121–1140. DOI: [10.1002/adhm.201501019](https://doi.org/10.1002/adhm.201501019).
  23. Shi Zhang-Zhi, Gao Xi-Xian, Chen Hong-Ting, Liu Xue-Feng, Li Ang, Zhang Hai-Jun, Wang Lu-Ning. Enhancement in mechanical and corrosion resistance properties of a biodegradable Zn–Fe alloy through second phase refinement // *Materials Science and Engineering: C*. 2020. Vol. 116. Article number 111197. DOI: [10.1016/j.msec.2020.111197](https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111197).
  24. Yan Zhaoming, Zhu Jiakuan, Zhang Zhimin, Wang Qiang, Xue Yong. 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).
  25. Мягких П.Н., Мерсон Е.Д., Полюянов В.А., Мерсон Д.Л. Зависимость процесса коррозии биорезорбируемого сплава ZX10 от структурных факторов и локального уровня pH // *Frontier Materials & Technologies*. 2023. № 2. С. 59–76. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-2-64-3](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-2-64-3).
  26. Vinogradov A., Merson E., Myagkikh P., Linderov M., Brilevsky A., Merson D. Attaining High Functional Performance in Biodegradable Mg-Alloys: An Overview of Challenges and Prospects for the Mg–Zn–Ca System // *Materials*. 2023. Vol. 16. № 3. Article number 1324. DOI: [10.3390/ma16031324](https://doi.org/10.3390/ma16031324).
  27. Yao Caizhen, Wang Zichao, Tay See Leng, Zhu Tianping, Gao Wei. Effects of Mg on microstructure and corrosion properties of Zn–Mg alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 602. P. 101–107. DOI: [10.1016/j.jallcom.2014.03.025](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.03.025).
  28. Shi Zhangzhi, Li Changheng, Li Meng, Li Xiangmin, Wang Luning. Second phase refining induced optimization of Fe alloying in Zn: Significantly enhanced strengthening effect and corrosion uniformity. *International Journal Minerals, Metallurgy and Materials*, 2022, vol. 29, pp. 796–806. DOI: [10.1007/s12613-022-2468-6](https://doi.org/10.1007/s12613-022-2468-6).
  29. Mita K., Ikeda T., Maeda M. Phase diagram study of Fe–Zn intermetallics. *Journal of Phase Equilibria*, 2001, vol. 22, pp. 122–125. DOI: [10.1361/105497101770338978](https://doi.org/10.1361/105497101770338978).
  30. Su Yingchao, Fu Jiayin, Lee Wonsae, Du Shaokang, Qin Yi-Xian, Zheng Yufeng, Wang Yadong, Zhu Donghui. Improved mechanical, degradation, and biological performances of Zn–Fe alloys as bioresorbable implants. *Bioactive Materials*, 2022, vol. 17, pp. 334–343. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.12.030](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.12.030).
  31. Shao Xiaoxi, Wang Xiang, Xu Fangfang et al. In vivo biocompatibility and degradability of a Zn–Mg–Fe alloy osteosynthesis system // *Bioactive Materials*. 2022. Vol. 7. P. 154–166. DOI: [10.1016/j.bioactmat.2021.05.012](https://doi.org/10.1016/j.bioactmat.2021.05.012).
  32. Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Mostaed A., Loffredo S., Demir A.G., Previtali B., Mantovani D., Beanland R., Vedani M. Novel Zn-based alloys for biodegradable stent applications: Design, development and in vitro degradation // *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2016. Vol. 60. P. 581–602. DOI: [10.1016/j.jmbbm.2016.03.018](https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2016.03.018).
  33. Vojtěch D., Kubásek J., Šerák J., Novák P. Mechanical and corrosion properties of newly developed biodegradable Zn-based alloys for bone fixation. *Acta Biomaterialia*, 2011, vol. 7, no. 9, pp. 3515–3522. DOI: [10.1016/j.actbio.2011.05.008](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2011.05.008).
  34. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 2000, vol. 45, no. 2, pp. 103–189. DOI: [10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
  35. Li Baoping, Dong Anping, Zhu Guoliang, Chu Shuangjie, Qian Hongwei, Hu Chengjie, Sun Baode, Wang Jun. Investigation of the corrosion behaviors of continuously hot-dip galvanizing Zn–Mg coating. *Surface and Coatings Technology*, 2012, vol. 206, no. 19-20, pp. 3989–3999. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2012.03.079](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2012.03.079).
  36. Prosek T., Nazarov A., Bexell U., Thierry D., Serak J. Corrosion mechanism of model zinc–magnesium alloys in atmospheric conditions. *Corrosion Science*, 2008, vol. 50, no. 8, pp. 2216–2231. DOI: [10.1016/j.corsci.2008.06.008](https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.06.008).
  37. Xue Penghao, Ma Minglong, Li Yongjun, Li Xinggang, Yuan Jiawei, Shi Guoliang, Wang Kaikun, Zhang Kui. Microstructure, Hot Deformation Behavior, and Recrystallization Behavior of Zn–1Fe–1Mg Alloy under Isothermal Compression. *Materials*, 2021, vol. 14, no. 7, article number 1735. DOI: [10.3390/ma14071735](https://doi.org/10.3390/ma14071735).
  38. Xue Penghao, Ma Minglong, Li Yongjun, Li Xinggang, Yuan Jiawei, Shi Guoliang, Wang Kaikun, Zhang Kui. Microstructure, Mechanical Properties, and In Vitro Corrosion Behavior of Biodegradable Zn–1Fe–xMg Alloy. *Materials*, 2020, vol. 13, no. 21, article number 4835. DOI: [10.3390/ma13214835](https://doi.org/10.3390/ma13214835).
  39. Polenok M.V., Khafizova E.D., Islamgaliev R.K. The influence of severe plastic deformation on mechanical properties of pure zinc. *Frontier Materials*

## REFERENCES

1. Kogan S., Sood A., Granick M.S. Zinc and Wound Healing: A Review of Zinc Physiology and Clinical Applications. *Wounds*, 2017, vol. 29, no. 4, pp. 102–106.
2. Lin Mao, Li Shen, Jiahui Chen et al. A promising biodegradable magnesium alloy suitable for clinical vascular stent application. *Scientific Reports*, 2017, vol. 7, article number 46343. DOI: [10.1038/srep46343](https://doi.org/10.1038/srep46343).
3. Yang Hongtao, Jia Bo, Zhang Zechuan, Qu Xinhua, Li Guannan, Lin Wenjiao, Zhu Donghui, Dai Kerong, Zheng Yufeng. Alloying design of biodegradable zinc as promising bone implants for load-bearing applica-

- & *Technologies*, 2022, no. 3-2, pp. 25–31. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-2-25-31](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-2-25-31).
16. Mostaed E., Sikora-Jasinska M., Drelich J.W., Vedani M. Zinc-based alloys for degradable vascular stent application. *Acta Biomaterialia*, 2018, vol. 71, pp. 1–23. DOI: [10.1016/j.actbio.2018.03.005](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2018.03.005).
  17. Razumov I.K., Ermakov A.Y., Gornostyrev Yu.N., Straumal B.B. Nonequilibrium phase transformations in alloys under severe plastic deformation. *Physics-Uspekhi*, 2020, vol. 63, no. 8, pp. 733–757. DOI: [10.3367/UFNe.2019.10.038671](https://doi.org/10.3367/UFNe.2019.10.038671).
  18. Zhang Xiaoge Gregory. Corrosion potential and corrosion current. *Corrosion and Electrochemistry of Zinc*. Boston, Springer Publ., 1996, pp. 125–156. DOI: [10.1007/978-1-4757-9877-7\\_5](https://doi.org/10.1007/978-1-4757-9877-7_5).
  19. Khudododova G.D., Kulyasova O.B., Islamgaliev R.K. Strength and corrosion resistance of the UFG Mg-Zn-Ca alloy. *Nanoindustriya*, 2022, vol. 15, no. 7-8, pp. 426–433. DOI: [10.22184/1993-8578.2022.15.7-8.426.433](https://doi.org/10.22184/1993-8578.2022.15.7-8.426.433).
  20. Byun Jong Min, Yu Jin Min, Kim Dae Kyung, Kim Tae Yeob, Jun Woo Sung, Kim Young Do. Corrosion Behavior of Mg<sub>2</sub>Zn<sub>11</sub> and MgZn<sub>2</sub> Single Phases. *Korean Journal of Metals and Materials*, 2013, vol. 51, no. 6, pp. 413–419. DOI: [10.3365/KJMM.2013.51.6.413](https://doi.org/10.3365/KJMM.2013.51.6.413).
  21. Wątroba M., Mech K., Bednarczyk W., Kawałko J., Marciszko-Wiąckowska M., Marzec M., Shepherd D.E.T., Bała P. Long-term in vitro corrosion behavior of Zn–3Ag and Zn–3Ag–0.5Mg alloys considered for biodegradable implant applications. *Materials & Design*, 2022, vol. 213, article number 110289. DOI: [10.1016/j.matdes.2021.110289](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2021.110289).
  22. Bowen P.K., Shearier E.R., Shan Zhao, Guillory R.J., Feng Zhao, Goldman J., Drelich J.W. Biodegradable Metals for Cardiovascular Stents: from Clinical Concerns to Recent Zn-Alloys. *Advanced Healthcare Materials*, 2016, vol. 5, no. 10, pp. 1121–1140. DOI: [10.1002/adhm.201501019](https://doi.org/10.1002/adhm.201501019).
  23. Shi Zhang-Zhi, Gao Xi-Xian, Chen Hong-Ting, Liu Xue-Feng, Li Ang, Zhang Hai-Jun, Wang Lu-Ning. Enhancement in mechanical and corrosion resistance properties of a biodegradable Zn–Fe alloy through second phase refinement. *Materials Science and Engineering: C*, 2020, vol. 116, article number 111197. DOI: [10.1016/j.msec.2020.111197](https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.111197).
  24. Yan Zhaoming, Zhu Jiakuan, Zhang Zhimin, Wang Qiang, Xue Yong. 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).
  25. Myagkikh P.N., Merson E.D., Poluyanov V.A., Merson D.L. The dependence of the biodegradable ZX10 alloy corrosion process on the structural factors and local pH level. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 2, pp. 59–76. DOI: [10.18323/2782-4039-2023-2-64-3](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2023-2-64-3).
  26. Vinogradov A., Merson E., Myagkikh P., Linderov M., Brilevsky A., Merson D. Attaining High Functional Performance in Biodegradable Mg-Alloys: An Overview of Challenges and Prospects for the Mg–Zn–Ca System. *Materials*, 2023, vol. 16, no. 3, article number 1324. DOI: [10.3390/ma16031324](https://doi.org/10.3390/ma16031324).
  27. Yao Caizhen, Wang Zichao, Tay See Leng, Zhu Tianping, Gao Wei. Effects of Mg on microstructure and corrosion properties of Zn–Mg alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, vol. 602, pp. 101–107. DOI: [10.1016/j.jallcom.2014.03.025](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.03.025).

## Influence of high-pressure torsion on the structure and mechanical properties of Zn–1%Fe–5%Mg zinc alloy

© 2024

*Elmira D. Abdrakhmanova*<sup>1</sup>, student

*Elvira D. Khafizova*<sup>\*2</sup>, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals,  
senior researcher of Scientific Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Impacts”

*Milena V. Polenok*<sup>3</sup>, student

*Ruslan K. Nafikov*<sup>4</sup>, junior researcher of Scientific Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Impacts”

*Elena A. Korznikova*<sup>5</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,

professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals,

Head of Scientific Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Impacts”

*Ufa University of Science and Technology, Ufa (Russia)*

\*E-mail: [KhafizovaED@uust.ru](mailto:KhafizovaED@uust.ru),  
[ela.90@mail.ru](mailto:ela.90@mail.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0009-2775-7488>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4618-412X>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9774-1689>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1280-6258>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5975-4849>

Received 27.06.2023

Accepted 06.03.2024

**Abstract:** Currently, scientists search for new materials for temporary implants that can dissolve in the body, which leads to the fact that there is no need for repeated surgery. In the last decade, scientific interest has focused on zinc-based materials because, unlike other metals, it has suitable corrosion rates and good biocompatibility. The paper describes an experiment for the study of the influence of deformation on the microstructure, strength and corrosion properties of an alloy of the Zn–Fe–Mg system. The authors carried out energy dispersive analysis and calculation of the volume

fraction of the second phase of the Zn–Fe–Mg zinc alloy. The corrosion properties of the Zn–Fe–Mg zinc alloy with different microstructures (before and after high-pressure torsion) were studied using the gravimetric method under conditions simulating conditions inside a living organism (temperature, corrosive environment composition). During the tests, the corrosion mechanism was determined, its rate and mass loss of the samples were calculated. The relief of the corrosion surface was studied using scanning electron microscopy. It has been found that the destruction of the material in a corrosive environment occurs through a matrix containing the active Mg metal. The results of calculations of the corrosion rate for the original sample and samples subjected to high-pressure torsion differed due to a more even distribution of second phase particles during severe plastic deformation. In this work, by alloying zinc with iron and magnesium, as well as using high-pressure torsion, it was possible to increase the microhardness of the samples to  $239.6 \pm 8$  HV, which is a high indicator for zinc alloys.

**Keywords:** zinc alloys; Zn–Fe–Mg; biodegradable implants; high-pressure torsion; biocompatible materials.

**Acknowledgments:** The research was financially supported by a grant in the field of science from the budget of the Republic of Bashkortostan for state support of young scientists (Scientific and Educational Center – Grant for Young Scientists – 2022, Agreement No. 1 of 13.12.2022).

The work of Korznikova E.A., Nafikov R.K. was carried out under financial support of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation within the state assignment for public service delivery given to Ufa University of Science and Technology (Agreement No. 075-03-2024-123/1) “Youth Science and Research Laboratory of Scientific and Educational Center “Metals and Alloys under Extreme Impacts”.

The research part of the work was carried out using the equipment of the Core Facility Centre “Nanotech” of Ufa University of Science and Technology.

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:** Abdrakhmanova E.D., Khafizova E.D., Polenok M.V., Nafikov R.K., Korznikova E.A. Influence of high-pressure torsion on the structure and mechanical properties of Zn–1%Fe–5%Mg zinc alloy. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 9–22. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-1.



## Влияние предварительной плазменной обработки поверхности стали 09Г2С на формирование покрытия в результате горячего цинкования

© 2024

*Бондарева Ольга Сергеевна*\*<sup>1</sup>, кандидат технических наук,

доцент кафедры технологии металлов и авиационного материаловедения

*Добычина Ольга Сергеевна*, аспирант кафедры технологии металлов и авиационного материаловедения

*Куканков Леонид Сергеевич*, студент

*Короткова Юлия Николаевна*, студент

*Третьяков Виталий Александрович*, студент

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара (Россия)

\*E-mail: osbondareva@ssau.ru,  
osbond@yandex.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4273-2483>

Поступила в редакцию 27.06.2023

Принята к публикации 22.11.2023

**Аннотация:** В последние годы расширяется ассортимент кремнийсодержащих сталей, подвергаемых горячему цинкованию. Легирование стали 0,5–1 % кремния приводит к образованию цинкового покрытия большой толщины с матовой или разнотонной поверхностью. Это связано с изменением фазовых реакций между железом и цинком в системе Fe–Zn–Si. Актуальной задачей является разработка способов нейтрализации негативного влияния кремния на формирование цинкового покрытия. Цель работы – изучение влияния предварительной плазменной резки и плазменной поверхностной закалки стали 09Г2С (S355J2) на толщину и структуру цинкового покрытия, образующегося на обработанных поверхностях. Установлено, что после плазменной резки структура приповерхностного слоя стали представляет собой мартенсит, а после плазменной поверхностной закалки – мартенсит и феррит. Анализ изменения микротвердости от поверхности стали к середине показал, что глубина закаленного слоя составляет 400 мкм. На поверхности стали без предварительной обработки формируется цинковое покрытие, состоящее из δ-фазы и ζ-фазы. На поверхности стали после плазменной обработки формируется цинковое покрытие, характерное для малокремнистых сталей и состоящее из δ-фазы, ζ-фазы и η-фазы. Установлено, что толщина цинкового покрытия на поверхности после плазменной резки в два раза меньше, чем на необработанной поверхности, причем сокращение толщины покрытия происходит за счет уменьшения толщины ζ-фазы. Выдвинута гипотеза, что образование на поверхности стали мартенсита приводит к исчезновению упорядоченной фазы FeSi и изменяет фазовое равновесие в системе Fe–Zn–Si. Следовательно, предварительная плазменная обработка поверхности стали позволяет управлять структурой и толщиной образующегося цинкового покрытия и поэтому рекомендуется для внедрения в процесс горячего цинкования кремнийсодержащих сталей.

**Ключевые слова:** горячее цинкование; цинковое покрытие; кремнийсодержащие стали; Fe–Zn–Si; плазменная обработка; поверхностная закалка.

**Для цитирования:** Бондарева О.С., Добычина О.С., Куканков Л.С., Короткова Ю.Н., Третьяков В.А. Влияние предварительной плазменной обработки поверхности стали 09Г2С на формирование покрытия в результате горячего цинкования // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 23–31. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-2.

### ВВЕДЕНИЕ

В последние два десятилетия наблюдается расширение номенклатуры сталей, подвергаемых горячему цинкованию. Это связано с потребностью строительной и автомобильной отраслей в современных улучшенных высокопрочных сталях (Advanced High-Strength Steel, AHSS), включающих в себя стали, закаливаемые под прессом (Press Hardening Steel, PHS), аустенитные пластичные стали (Transformation Induced Plasticity, TRIP), двухфазные стали (Dual Phase Steels, DP steel), сложнофазовые стали (Complex Phase Steels, CP steel), мартенситные стали (Martensitic Steels, MS Steel), холоднодеформируемые стали и др. Уникальный комплекс свойств этих сталей – высокая конструкционная прочность, малый вес и возможность самоадаптации к экстремальным внешним воздействиям обеспечивается термомеханической обработкой и системой легирования.

Кремний является одним из основных легирующих элементов, стабилизирующих аустенит [1; 2]. Кремний также является дешевым упрочнителем конструкционных сталей, широко применяемых для сварных строительных конструкций, среди которых сталь 09Г2С (S355J2) [3]. Однако высокое содержание кремния (более 0,4 %) способствует формированию на стали цинкового покрытия большой толщины – 200–500 мкм [4]. Такая толщина цинкового покрытия приводит к перерасходу цинкового сырья, а в некоторых случаях и к отслоению покрытия, что недопустимо. Установлено, что это связано с влиянием кремния на процессы взаимной диффузии железа и цинка при формировании покрытия [5–7].

Известно, что цинковые покрытия, получаемые при погружении стали в расплав, имеют в структуре слои интерметаллических фаз системы Fe–Zn: δ, ζ и η. Эти фазы хорошо изучены, они отличаются по структуре, химическому составу и кристаллической решетке.

Слой  $\delta$ -фазы прилегает к стальной подложке, его толщина равномерна, а структура относительно компактна. Следующий слой  $\zeta$ -фазы имеет разветвленную дендритную структуру, кристаллиты вытянуты в направлении отвода тепла от основы к поверхности покрытия. При извлечении изделия из ванны на поверхности образуется практически чистый цинк –  $\eta$ -фаза [8]. При цинковании сталей с содержанием кремния более 0,4 %  $\eta$ -фаза отсутствует, а морфология  $\zeta$ -фазы изменяется: она становится крупнокристаллической и составляет около 90 % всей толщины покрытия. При этом  $\zeta$ -фаза выходит на поверхность покрытия, придавая ему матовость [9].

Один из вариантов контроля роста толщины цинкового покрытия – управление температурой цинкования, так как она оказывает определяющее влияние на толщину, строение и фазовый состав покрытия [10]. Известна технология высокотемпературного цинкования (530–590 °С), позволяющая получать покрытия, состоящие преимущественно из  $\delta$ -фазы – наиболее плотной фазы, обеспечивающей минимальную толщину покрытия, в том числе на кремнистых сталях [11]. Однако данная технология требует использования керамических ванн, поскольку сокращает срок службы стальных ванн, а также повышает затраты на электроэнергию.

Другим способом нейтрализации негативного влияния кремния на процесс цинкования является его удаление с поверхности стали особой предварительной химической обработкой перед горячим цинкованием. Она заключается в травлении стали в комплексных растворах, содержащих плавиковую и соляную кислоты или фториды аммония и натрия в различных концентрациях [12]. Недостатком данной технологии является сложность утилизации травильных растворов.

Ранее были разработаны и внедрены системы легирования цинкового расплава никелем, алюминием, висмутом, оловом для управления структурой, толщиной и свойствами покрытий на кремнийсодержащих сталях [13]. Для сталей с содержанием кремния до 0,3 % успешным оказалось применение расплава цинка с микродобавками (0,05 %) никеля [14]. Однако при содержании кремния более 0,3 % добиться значительного снижения толщины покрытия не удалось.

Перед горячим цинкованием возможно нанесение предварительных металлических покрытий, например железа, никеля, меди и/или их сплавов, образующих диффузионный барьер и предотвращающих образование дефектов покрытия [15; 16].

Авторами настоящей работы было обнаружено, что на поверхностях стальных деталей после плазменной и лазерной резки толщина покрытия значительно меньше, чем на остальных поверхностях. Предварительные исследования показали, что недостаточная толщина цинкового покрытия на поверхностях после плазменной и лазерной резки обусловлена не поверхностными дефектами и присутствием окалины, а структурными изменениями в зоне термического влияния. В результате воздействия факела при плазменной резке металл оплавляется и быстро охлаждается за счет отвода тепла вглубь металла, поэтому приповерхностная структура характеризуется наличием мартенситной составляющей [17]. С помощью плазменного поверхностного упрочнения можно получить поверхностный мартенситный слой не только в зоне реза, но и на лю-

бой обрабатываемой поверхности [18]. Сущность метода поверхностной плазменной закалки заключается в быстром разогреве поверхности плазменной струей и последующем быстром охлаждении путем отвода тепла в основной объем металла, который остается холодным. Для разработки новых способов контроля толщины цинкового покрытия остается немаловажным подробное изучение влияния структурных изменений при плазменной обработке стали на формирование этого покрытия.

Цель исследования – изучение влияния предварительной плазменной резки и плазменной поверхностной закалки стали 09Г2С (S355J2) на толщину и структуру цинкового покрытия.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследования были отобраны образцы из промышленного горячекатаного листа стали 09Г2С (S355J2) по ГОСТ 5520-79 размером 100×100×25 мм. Химический состав образцов определен на оптико-эмиссионном анализаторе Foundry-Master XPR и приведен в таблице 1.

Образцы вырезали на установке плазменной резки HyPerformance 400 XD. Поверхностная закалка образцов проводилась на установке ручной плазменной закалки УДГЗ-200. Принцип ее действия заключается в том, что плазменный поток очень быстро нагревает поверхность изделия, и за счет теплоотвода с поверхности вглубь происходит закалка поверхностного слоя толщиной 1–2 мм. Закалка происходит на воздухе без принудительного охлаждения водой или маслом. Расстояние от плазматрона до поверхности изделия составляло 20 мм, сила тока закалки 200 А, производительность 110 см/мин.

Шлифы для изучения микроструктуры изготавливались на шлифовально-полировальном станке Remet LS 2. После закалки твердость образцов измерялась на стационарном твердометре NOVOTEST ТС-БРВ по шкале Роквелла, измерения снимались с обработанной стороны и с торцов. Изучение микроструктуры образцов проводилось с помощью цифрового тринокулярного инвертированного микроскопа Carl Zeiss Axio Vert 40 MAT. Затем образцы подвергались горячему цинкованию, которое включало в себя следующие стадии: обезжиривание в 20 % NaOH, травление в 10 % HCl, флюсование в ZnCl<sub>2</sub>–NH<sub>4</sub>Cl, сушка и погружение в цинковый расплав температурой 450±3 °С, время выдержки в расплаве 2 мин.

Исследования микроструктуры и измерение толщины фазовых слоев покрытия проводились на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA SB. Измерения микротвердости подповерхностного слоя образцов проводились на микротвердометре ПМТ-3 с нагрузкой 20 г. Важно отметить, что ключевым фактором при формировании структуры и свойств зоны термического влияния является скорость охлаждения. В нашем исследовании охлаждение происходило на воздухе, что повлияло на характер изменения микроструктуры. Воздух был выбран в качестве охладителя в связи с тем, что глубина прогрева при поверхностной закалке невелика, поэтому тепло отводится в толщу образца.

**Таблица 1.** Химический состав стали 09Г2С, %  
**Table 1.** Chemical composition of 09G2S steel, %

Fe	C	Si	Mn	Ni	Cr	V	Cu
Основа	0,137	0,608	1,670	0,015	0,038	0,012	0,009

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

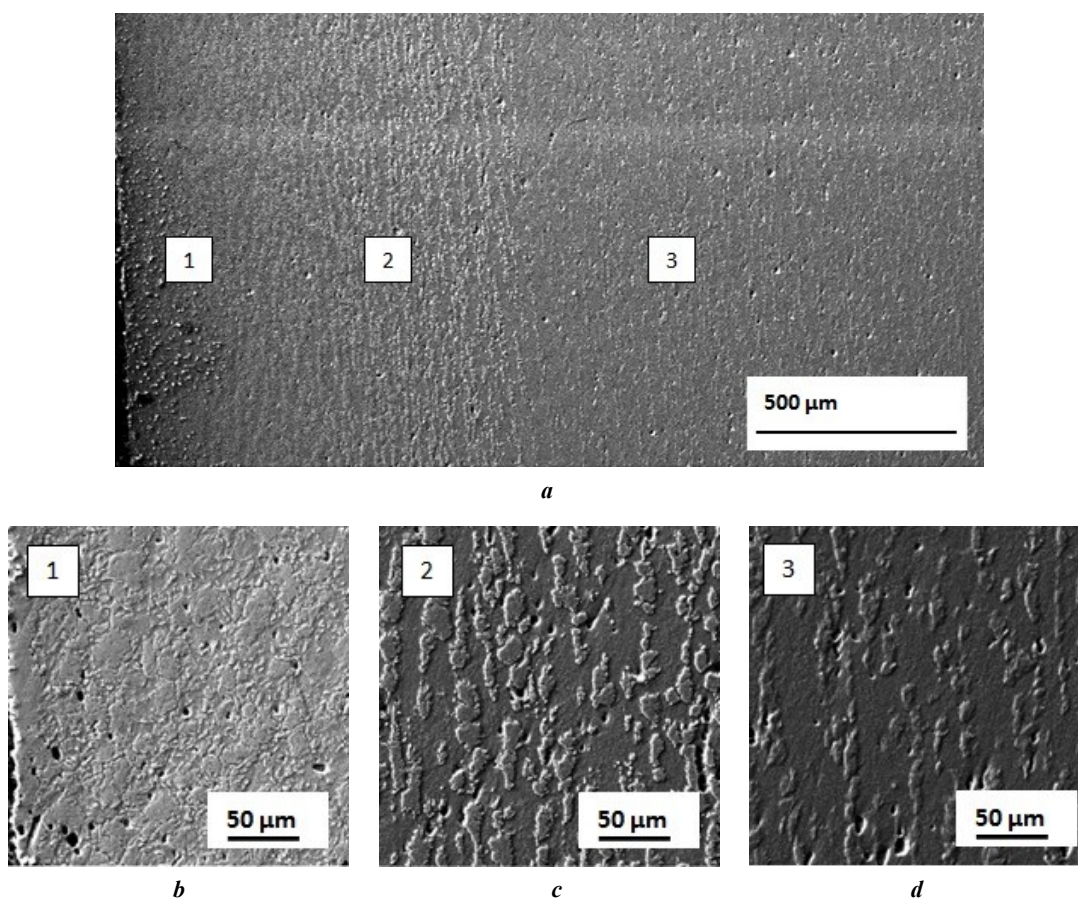
В результате анализа поперечного сечения образца после плазменной закалки и образца после плазменной резки были получены изображения микроструктуры, которые приведены на рис. 1 и 2.

В микроструктуре образца после поверхностной закалки (рис. 1 а) видна явная граница между поверхностной структурой и серединой – это глубина термического влияния, она составляет около 950 мкм. Приповерхностный слой неоднородный и имеет структуру неполной закалки – мартенсит и феррит (рис. 1 б). Глубина закаленного слоя – около 300 мкм. Переходный слой представлен феррито-перлитной структурой (рис. 1 с).

На микроструктуре образца после плазменной резки (рис. 2 а) наблюдается явная граница между поверхно-

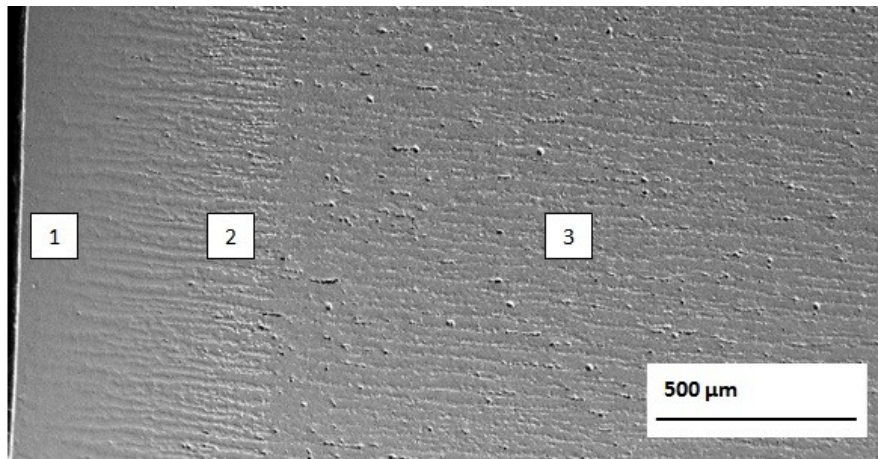
стной структурой и серединой, глубина термического влияния – около 600 мкм. Приповерхностный слой представляет собой игольчатый мартенсит (рис. 2 б). Толщина закаленного слоя – около 200 мкм.

Более точно определить глубину закаленной зоны можно, проанализировав изменение твердости от края поверхности вглубь образца. Анализ графиков (рис. 3) показывает, что твердость уменьшается от края к середине. После плазменной закалки твердость неравномерная (мартенсит + феррит). Максимальная величина твердости у края поверхности 153 HV (зерно мартенсита), минимальная величина твердости 123 HV (феррит). Заметное снижение твердости наступает после глубины в 400 мкм. Максимальная величина твердости стали после плазменной резки у края поверхности составила 173 HV.

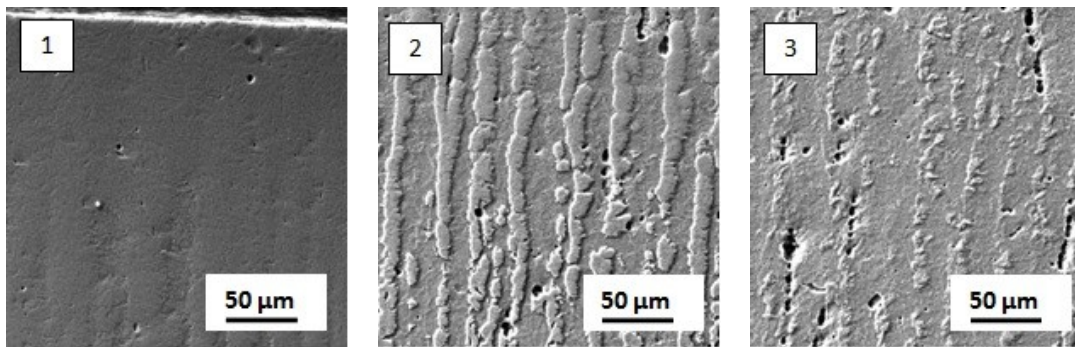


**Рис. 1.** Микроструктура образца после плазменной закалки:  
*a* – общий вид,  $\times 100$ ; *b* – поверхностный слой,  $\times 1000$ ; *c* – переходный слой,  $\times 1000$ ; *d* – середина,  $\times 1000$

**Fig. 1.** Microstructure of the sample after plasma hardening:  
*a* – general view,  $\times 100$ ; *b* – surface layer,  $\times 1000$ ; *c* – transition layer,  $\times 1000$ ; *d* – middle,  $\times 1000$



*a*

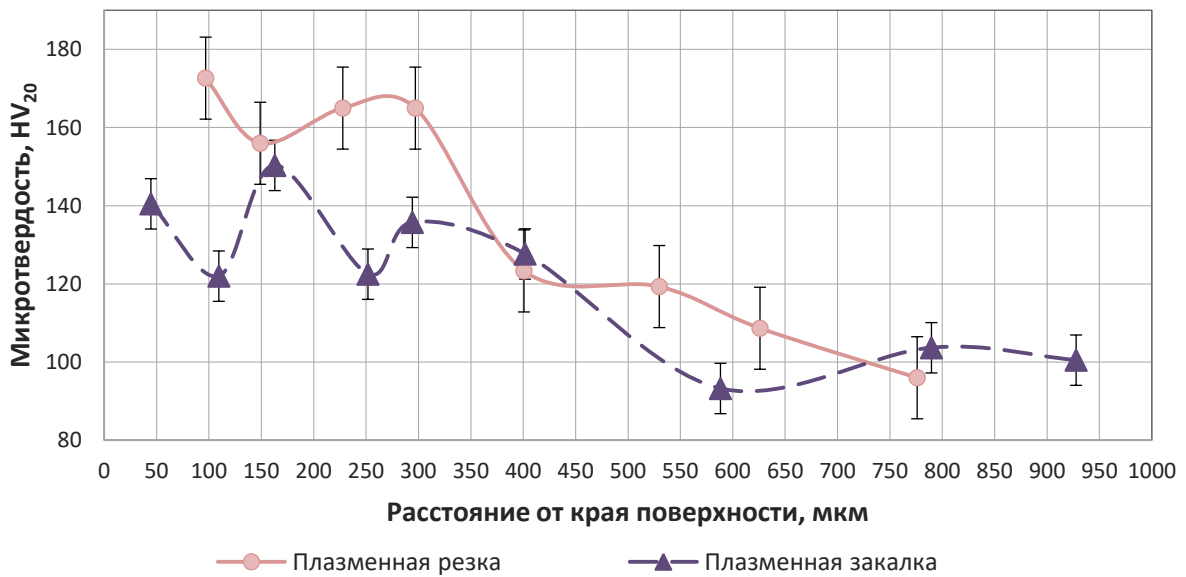


*b*

*c*

*d*

**Рис. 2.** Микроструктура образца после плазменной резки:  
*a* – общий вид,  $\times 100$ ; *b* – поверхностный слой,  $\times 1000$ ; *c* – переходный слой,  $\times 1000$ ; *d* – середина,  $\times 1000$   
**Fig. 2.** Microstructure of the sample after plasma cutting:  
*a* – general view,  $\times 100$ ; *b* – surface layer,  $\times 1000$ ; *c* – transition layer,  $\times 1000$ ; *d* – middle,  $\times 1000$



**Рис. 3.** Изменение микротвердости от края обработанной поверхности к середине  
**Fig. 3.** Change in microhardness from the edge of the treated surface to the middle



На расстоянии 300–400 мкм от края поверхности твердость резко уменьшается и соответствует твердости феррита, т. е. это и есть глубина закаленной зоны.

Цинковое покрытие на образцах без обработки имеет матовые и разнотонные пятна (рис. 4 а), в то время как на образце после плазменной обработки покрытие имело глянцевый блеск (рис. 4 б).

Исследования микроструктуры цинкового покрытия, полученного на поверхностях без обработки и после плазменной резки и закалки (рис. 5), показали, что фазовое строение покрытий отличается. На поверхности без обработки образуется цинковое покрытие, имеющее характерное для покрытия на высококремнистой стали строение: 80–90 %  $\zeta$ -фазы и тонкий слой  $\delta$ -фазы,  $\eta$ -фаза отсутствует, что приводит к матовой и разнотонной поверхности покрытия (рис. 5 а). После плазменной обработки в микроструктуре цинкового покрытия наблюдаются все три основные фазы: плотная, столбчатая  $\delta$ -фаза, дендритная  $\zeta$ -фаза и  $\eta$ -фаза – покровный цинк, обеспечивающий глянцевую поверхность покрытия (рис. 5 б, 5 с). Такое покрытие характерно для малокремнистых сталей. Толщина  $\zeta$ -фазы в покрытии на поверхности после плазменной резки составляет 30 % от общей толщины покрытия, а на поверхности после плазменной закалки – 50 % от общей толщины покрытия.

Анализ влияния предварительной плазменной обработки на твердость поверхности образца и толщину формирующегося цинкового покрытия (рис. 6) показал, что необработанный образец с феррито-перлитной структурой поверхности имеет наименьшую твердость и наибольшую толщину покрытия, в среднем около 122 мкм. После плазменной закалки твердость феррито-мартенситной структуры поверхности увеличилась, а толщина покрытия уменьшилась на 29 % и составила около 87 мкм. После плазменной резки твердость мартенситной структуры поверхности максимальна, толщина покрытия уменьшилась на 55 % относительно необработанного образца и составила около 55 мкм.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В соответствии с равновесной фазовой диаграммой Fe–Si при небольших концентрациях кремния в железе имеются области  $\alpha$ -фазы, которая представляет собой неупорядоченный твердый раствор замещения железа кремнием в объемно-центрированной кубической (ОЦК) решетке, и двух упорядоченных фаз  $\alpha 1$  (Fe<sub>3</sub>Si) и  $\alpha 2$  (FeSi) [19].

При взаимодействии кремнийсодержащей стали с расплавленным цинком фазовые реакции описываются тройной системой Fe–Zn–Si. Исследователи [20] показали, что кремний, находящийся в стали в количестве 0,5–1 %, образует фазу FeSi и смещает равновесие в трехфазную область:  $\zeta$ -FeZn<sub>13</sub>–FeSi – жидкий Zn. Наличие жидкой фазы ускоряет рост интерметаллидного слоя  $\zeta$ -FeZn<sub>13</sub>.

В результате проведенных исследований установлено, что толщина и структура цинкового покрытия, формирующегося на высококремнистой стали 09Г2С, зависит от приповерхностной структуры стали. Если структура равновесная, феррито-перлитная, как на образцах без термической обработки, то цинковое покрытие образуется толстое, с хорошо развитой  $\zeta$ -фазой, что характерно для высококремнистой стали.

Если приповерхностная структура стали представляет собой мартенсит или мартенсит + феррит, то толщина  $\zeta$ -фазы уменьшается в два раза, в структуре покрытия появляется поверхностная  $\eta$ -фаза, что характерно для малокремнистой стали. При этом приповерхностная структура полной закалки (мартенсит) тормозит рост  $\zeta$ -фазы покрытия сильнее, чем структура неполной закалки (мартенсит + феррит).

Можно предположить, что образование мартенсита приводит к исчезновению упорядоченной фазы FeSi. Кристаллическая решетка мартенсита сильно искажена по сравнению с решеткой феррита и вместо кубической приобретает тетрагональную форму. В отсутствие фазы FeSi образование цинкового покрытия происходит согласно двойной системе Fe–Zn, а в покрытии наблюдаются фазы, характерные для малокремнистых сталей.

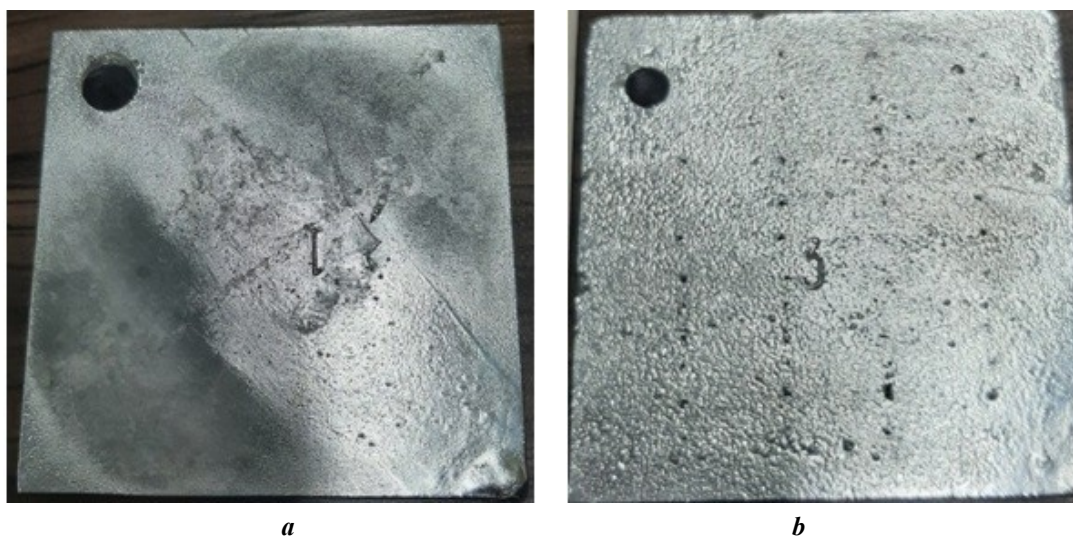
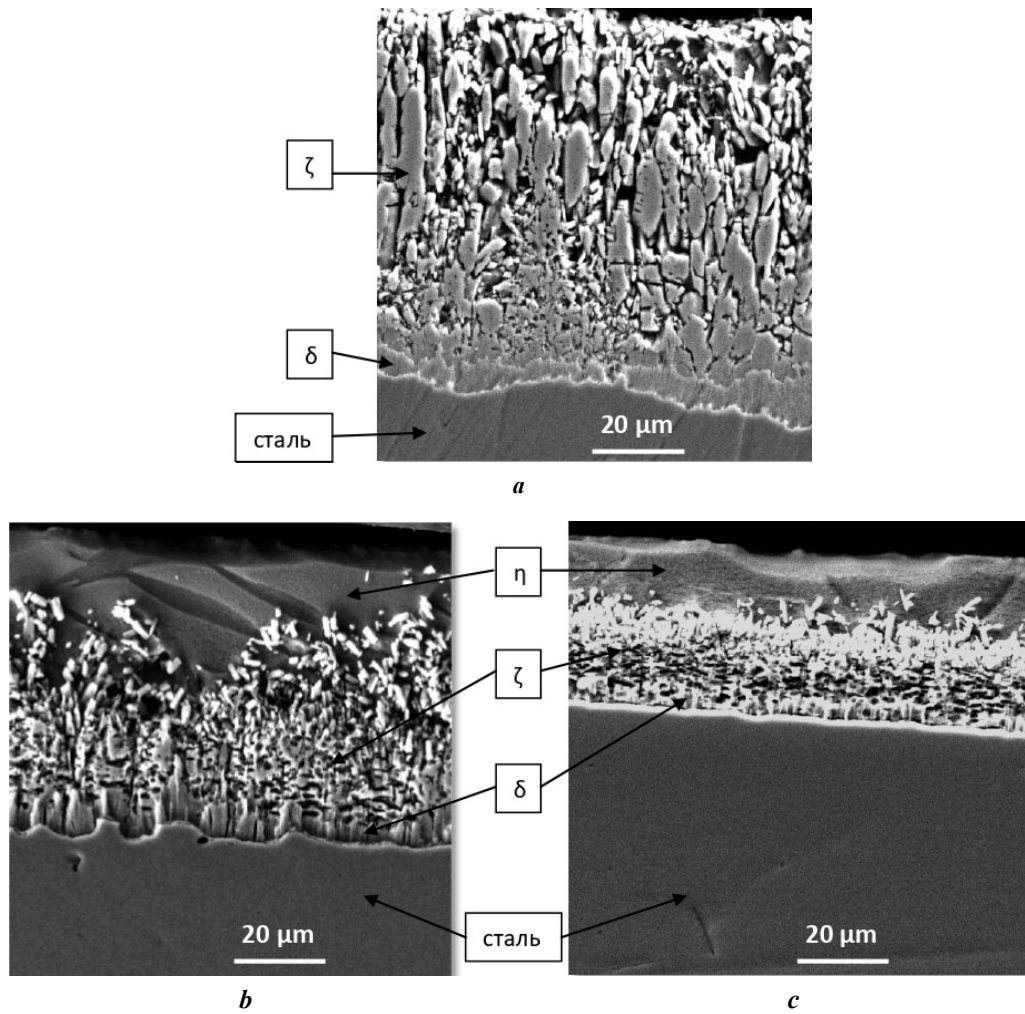
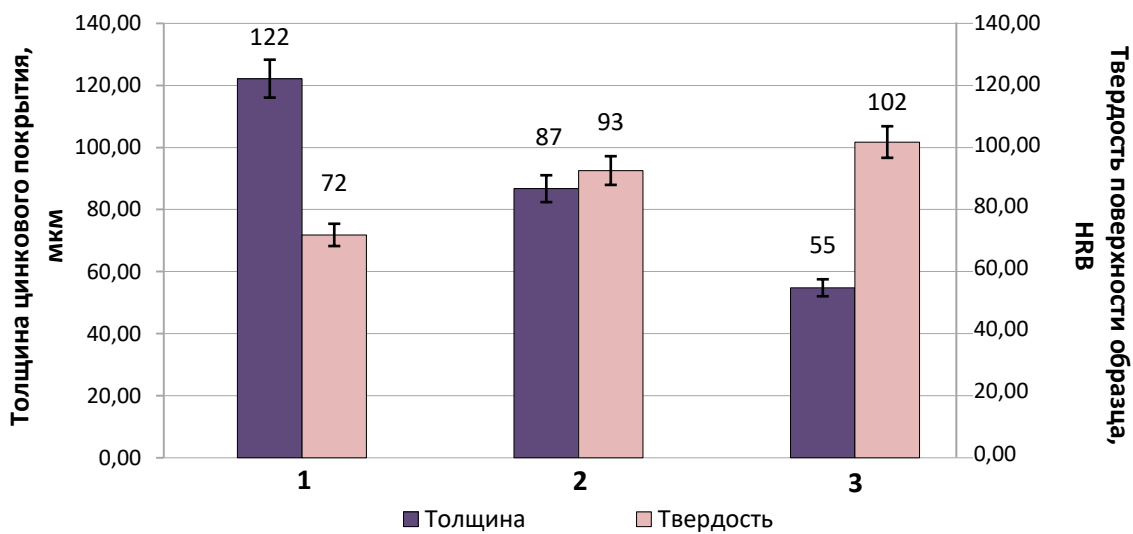


Рис. 4. Поверхность покрытия после горячего цинкования: а – без обработки; б – после плазменной закалки  
Fig. 4. Coating surface after hot galvanizing: a – without treatment; b – after plasma hardening



**Рис. 5.** Микроструктура цинкового покрытия образца,  $\times 2000$ :  
*a* – без обработки; *b* – после плазменной закалки; *c* – после плазменной резки  
**Fig. 5.** Microstructure of the sample zinc coating,  $\times 2000$ :  
*a* – without treatment; *b* – after plasma hardening; *c* – after plasma cutting



**Рис. 6.** Диаграмма влияния обработки на толщину покрытия и твердость основы:  
 1 – без обработки; 2 – плазменная закалка; 3 – плазменная резка  
**Fig. 6.** Diagram of the influence of treatment on the coating thickness and base hardness:  
 1 – without treatment; 2 – plasma hardening; 3 – plasma cutting

Можно считать, что приповерхностная мартенситная структура является диффузионным барьером для кремния, находящегося в стали и влияющего на образование и морфологию  $\zeta$ -фазы цинкового покрытия.

Таким образом, предварительная плазменная обработка поверхности позволяет управлять структурой и толщиной цинкового покрытия, образующегося на этой поверхности. В дальнейших исследованиях планируется установить время погружения стали в расплав, при котором сохраняется действие мартенситного слоя как диффузионного барьера.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Определена структура отдельных участков зоны термического влияния и изучена их микроструктура. На поверхности после плазменной резки обнаружена структура полной закалки (мартенсит), на поверхности после плазменной закалки – структура неполной закалки (феррит и мартенсит).

Максимальная твердость поверхности образца после плазменной резки составляет 172 HV (увеличилась на 42 %), а после плазменной поверхностной закалки – 153 HV (увеличилась на 29 %). Глубина закаленной зоны составила 400 мкм.

На поверхности после плазменной обработки образуется покрытие с  $\eta$ -фазой чистого цинка, что придает покрытию глянцевый блеск. Толщина цинкового покрытия на поверхности после плазменной закалки на 29 % меньше, а на поверхности после плазменной резки на 55 % меньше, чем на необработанной поверхности. Сокращение толщины покрытия происходит за счет уменьшения толщины  $\zeta$ -фазы.

Выдвинута гипотеза, что образование на поверхности стали мартенсита приводит к исчезновению упорядоченной фазы FeSi и изменяет фазовое равновесие в системе Fe–Zn–Si. Цинковое покрытие образуется согласно двойной системе Fe–Zn. Таким образом, закаленный слой служит диффузионным барьером при образовании железозинковых слоев покрытия.

Предварительная плазменная обработка поверхности стали 09Г2С приводит к снижению расхода цинка на формирование защитного покрытия и образованию глянцевой поверхности, поэтому данный способ рекомендуется для внедрения в процесс горячего цинкования данной марки стали.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Gorlenko D.A., Konstantinov D.V., Polyakova M.A., Dabalá M. TRIP steels: the features of chemical composition and structure, prospects of application (overview) // CIS Iron and Steel Review. 2022. Vol. 23. P. 67–75. DOI: [10.17580/cisirs.2022.01.13](https://doi.org/10.17580/cisirs.2022.01.13).
- Min Sun, Packer J.A. Hot-dip galvanizing of cold-formed steel hollow sections: a state-of-the-art review // Frontiers of Structural and Civil Engineering. 2019. Vol. 13. P. 49–65. DOI: [10.1007/s11709-017-0448-0](https://doi.org/10.1007/s11709-017-0448-0).
- Arabaci U., Özdemir U. Effect of Filler Wire Composition on Hot-Dip Galvanizing Performance of S355JR Structural Steel Joints // Transactions of the Indian Institute of Metals. 2023. Vol. 76. P. 1583–1591. DOI: [10.1007/s12666-023-02878-5](https://doi.org/10.1007/s12666-023-02878-5).
- Бондарева О.С., Мельников А.А. Влияние содержания кремния в конструкционных сталях на строение и скорость роста цинкового покрытия // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2017. Т. 19. № 1-3. С. 506–510. EDN: [YPKJJ](https://www.edn.ru/ypkj).
- Inoue J., Miwa S., Koseki T. Effect of Si content in steel on formation of Fe–Zn intermetallic compound layer at pure Zn melt/steel interface // Tetsu-To-Hagane/Journal of the Iron and Steel Institute of Japan. 2014. Vol. 100. № 3. P. 390–396. DOI: [10.2355/tetsutohagane.100.390](https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.100.390).
- Han Seung-Chang, Sanchez D.F., Grolimund D., Uhm Sang-Ho, Choi Du-Youl, Jeong Hong-Chul, Jun Tea-Sung. Role of silicon on formation and growth of intermetallic phases during rapid Fe–Zn alloying reaction // Materials Today Advances. 2023. Vol. 18. Article number 100368. DOI: [10.1016/j.mtadv.2023.100368](https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2023.100368).
- Minenkov A., Mörtlbauer T., Arndt M., Hesser G., Angeli G., Groiss H. Towards a dependable TEM characterization of hot-dip galvanized steels with low and high Si content // Materials & Design. 2023. Vol. 227. Article number 111684. DOI: [10.1016/j.matdes.2023.111684](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.111684).
- Marder A.R., Goodwin F.E. The Metallurgy of Zinc Coated Steels. Amsterdam: Elsevier Inc., 2023. 590 p. DOI: [10.1016/C2020-0-04502-0](https://doi.org/10.1016/C2020-0-04502-0).
- Marder A.R., Goodwin F.E. Chapter 15 – General galvanizing // The Metallurgy of Zinc Coated Steels. Amsterdam: Elsevier Inc., 2023. P. 543–566. DOI: [10.1016/B978-0-323-99984-7.00020-8](https://doi.org/10.1016/B978-0-323-99984-7.00020-8).
- Бондарева О.С., Мельников А.А. Влияние температуры цинкового расплава на толщину и структуру покрытия при высокотемпературном горячем цинковании сталей с высоким содержанием кремния // Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. 2015. № 1. С. 66–70. DOI: [10.17073/1997-308X-2015-1-66-70](https://doi.org/10.17073/1997-308X-2015-1-66-70).
- Verma A.R.B., Van Ooij W.J. High-temperature batch hot-dip galvanizing. Part 1. General description of coatings formed at 560 °C // Surface and Coatings Technology. 1997. Vol. 89. № 1-2. P. 132–142. DOI: [10.1016/S0257-8972\(96\)02941-6](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(96)02941-6).
- Schmitz T. Silicon-containing steel sheet chemical pretreatment prior to hot coating used in automobile structural part production involves degreasing and submersing in pickling bath containing fluorine ions to remove silicon from steel surface: patent FR № 9900126, 2002. 15 p.
- Kania H., Mendala J., Kozuba J., Saternus M. Development of Bath Chemical Composition for Batch Hot-Dip Galvanizing-A Review // Materials (Basel). 2020. Vol. 13. № 18. Article number 4168. DOI: [10.3390/ma13184168](https://doi.org/10.3390/ma13184168).
- He Z.-R., He Y., Zhang Y.-H., Liu J.-T., Xie K. Comparative on microstructure and properties of Zn and Zn–0.05Ni alloy coatings by hot-dip galvanizing // Cailial Rechuli Xuebao/Transactions of Materials and Heat Treatment. 2013. Vol. 34. № 2. P. 152–156.
- Chakraborty A., Ghosh R., Sudan M., Mondal A. Improvement in hot dip galvanized coating microstructure and properties by pre-metallic deposition on steel surface: A comprehensive review // Surface and Coatings Technology. 2022. Vol. 449. Article number 128972. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2022.128972](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128972).
- Che Chunshan, Lu Jintang, Kong Gang, Xu Qiaoyu. Role of silicon in steels on galvanized coatings // Acta



- Metallurgica Sinica (English Letters). 2009. Vol. 22. № 2. P. 138–145. DOI: [10.1016/s1006-7191\(08\)60081-2](https://doi.org/10.1016/s1006-7191(08)60081-2).
17. Токтар А.Б., Әділбеков К.Е., Серіков С.Е., Комбаев К.К. Влияние режимов плазменной резки на свойства кромки стали марки 09Г2С // Вестник Восточно-Казахстанского государственного технического университета им. Д. Серикбаева. 2019. № 4. С. 160–170. EDN: [VCTRBV](https://www.elibrary.ru/vctrbv).
  18. Самотугин С.С., Гагарин В.А., Мазур В.А., Нестеров О.Ю. Металлографические исследования упрочненных слоев после поверхностной обработки высококонцентрированной плазменной струей // Вестник Приазовского государственного технического университета. Серия: Технические науки. 2017. № 34. С. 98–105. EDN: [YLVILS](https://www.elibrary.ru/ylvils).
  19. Ершов Н.В., Черненко Ю.П., Лукшина В.А., Федоров В.И. Структура сплавов  $\alpha$ -FeSi с 8 и 10 ат. % кремния // Физика твердого тела. 2012. Т. 54. № 9. С. 1813–1819. EDN: [RCSSDL](https://www.elibrary.ru/rcssdl).
  20. Takata N., Hayano K., Suzki A., Kobashi M. Enhanced Interfacial Reaction of Fe–Si Alloy Sheets Hot-Dipped in Zn Melt at 460°C // ISIJ International. 2018. Vol. 58. № 9. P. 1608–1615. DOI: [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-036](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-036).
  8. Marder A.R., Goodwin F.E. *The Metallurgy of Zinc Coated Steels*. Amsterdam, Elsevier Inc. Publ., 2023. 590 p. DOI: [10.1016/C2020-0-04502-0](https://doi.org/10.1016/C2020-0-04502-0).
  9. Marder A.R., Goodwin F.E. Chapter 15 – General galvanizing. *The Metallurgy of Zinc Coated Steels*. Amsterdam, Elsevier Inc. Publ., 2023, pp. 543–566. DOI: [10.1016/B978-0-323-99984-7.00020-8](https://doi.org/10.1016/B978-0-323-99984-7.00020-8).
  10. Bondareva O.S., Melnikov A.A. Influence of the temperature of a zinc melt on the coating thickness and structure during high-temperature zincplating steels with a high silicon content. *Powder Metallurgy and Functional Coatings*, 2015, no. 1, pp. 66–70. DOI: [10.17073/1997-308X-2015-1-66-70](https://doi.org/10.17073/1997-308X-2015-1-66-70).
  11. Verma A.R.B., Van Ooij W.J. High-temperature batch hot-dip galvanizing. Part 1. General description of coatings formed at 560 °C. *Surface and Coatings Technology*, 1997, vol. 89, no. 1-2, pp. 132–142. DOI: [10.1016/S0257-8972\(96\)02941-6](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(96)02941-6).
  12. Schmitz T. *Silicon-containing steel sheet chemical pretreatment prior to hot coating used in automobile structural part production involves degreasing and submersing in pickling bath containing fluorine ions to remove silicon from steel surface*, patent FR no. 9900126, 2002, 15 p.
  13. Kania H., Mendala J., Kozuba J., Saternus M. Development of Bath Chemical Composition for Batch Hot-Dip Galvanizing-A Review. *Materials (Basel)*, 2020, vol. 13, no. 18, article number 4168. DOI: [10.3390/ma13184168](https://doi.org/10.3390/ma13184168).
  14. He Z.-R., He Y., Zhang Y.-H., Liu J.-T., Xie K. Comparative on microstructure and properties of Zn and Zn–0.05Ni alloy coatings by hot-dip galvanizing. *Cailial Rechuli Xuebao/Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2013, vol. 34, no. 2, pp. 152–156.
  15. Chakraborty A., Ghosh R., Sudan M., Mondal A. Improvement in hot dip galvanized coating microstructure and properties by pre-metallic deposition on steel surface: A comprehensive review. *Surface and Coatings Technology*, 2022, vol. 449, article number 128972. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2022.128972](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2022.128972).
  16. Che Chunshan, Lu Jintang, Kong Gang, Xu Qiaoyu. Role of silicon in steels on galvanized coatings. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2009, vol. 22, no. 2, pp. 138–145. DOI: [10.1016/s1006-7191\(08\)60081-2](https://doi.org/10.1016/s1006-7191(08)60081-2).
  17. Токтар А.Б., Әділбеков К.Е., Серіков С.Е., Комбаев К.К. The influence of plasma cutting modes on the edge properties of 09G2S steel. *Bulletin of D. Serikbayev East Kazakhstan Technical University*, 2019, no. 4, pp. 160–170. EDN: [VCTRBV](https://www.elibrary.ru/vctrbv).
  18. Самотугин С.С., Гагарин В.А., Мазур В.А., Нестеров О.Ю. Metallographic examination of hardened layers after surface treatments by highly concentrated plasma jet. *Vestnik Priazovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta. Seriya: Tekhnicheskie nauki*, 2017, no. 34, pp. 98–105. EDN: [YLVILS](https://www.elibrary.ru/ylvils).
  19. Ершов Н.В., Лукшина В.А., Черненко Ю.П., Федоров В.И. Structure of  $\alpha$ -FeSi alloys with 8 and 10 at % silicon. *Physics of the Solid State*, 2012, vol. 54, no. 9, pp. 1935–1942. DOI: [10.1134/S1063783412090107](https://doi.org/10.1134/S1063783412090107).
  20. Takata N., Hayano K., Suzki A., Kobashi M. Enhanced Interfacial Reaction of Fe–Si Alloy Sheets Hot-Dipped in Zn Melt at 460°C. *ISIJ International*, 2018, vol. 58, no. 9, pp. 1608–1615. DOI: [10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-036](https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2018-036).

## REFERENCES

1. Gorlenko D.A., Konstantinov D.V., Polyakova M.A., Dabalá M. TRIP steels: the features of chemical composition and structure, prospects of application (overview). *CIS Iron and Steel Review*, 2022, vol. 23, pp. 67–75. DOI: [10.17580/cisistr.2022.01.13](https://doi.org/10.17580/cisistr.2022.01.13).
2. Min Sun, Packer J.A. Hot-dip galvanizing of cold-formed steel hollow sections: a state-of-the-art review. *Frontiers of Structural and Civil Engineering*, 2019, vol. 13, pp. 49–65. DOI: [10.1007/s11709-017-0448-0](https://doi.org/10.1007/s11709-017-0448-0).
3. Arabaci U., Özdemir U. Effect of Filler Wire Composition on Hot-Dip Galvanizing Performance of S355JR Structural Steel Joints. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2023, vol. 76, pp. 1583–1591. DOI: [10.1007/s12666-023-02878-5](https://doi.org/10.1007/s12666-023-02878-5).
4. Bondareva O.S., Melnikov A.A. Effect of the silicon content in structural steels on the structure and growth rate of the zinc coating. *Izvestiya of Samara Scientific Center of the Russian Academy of Sciences*, 2017, vol. 19, no. 1-3, pp. 506–510. EDN: [YPKJJJ](https://www.elibrary.ru/ypkjjj).
5. Inoue J., Miwa S., Koseki T. Effect of Si content in steel on formation of Fe-Zn intermetallic compound layer at pure Zn melt/steel interface. *Tetsu-To-Hagane/Journal of the Iron and Steel Institute of Japan*, 2014, vol. 100, no. 3, pp. 390–396. DOI: [10.2355/tetsutohagane.100.390](https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.100.390).
6. Han Seung-Chang, Sanchez D.F., Grolimund D., Uhm Sang-Ho, Choi Du-Youl, Jeong Hong-Chul, Jun Tea-Sung. Role of silicon on formation and growth of intermetallic phases during rapid Fe–Zn alloying reaction. *Materials Today Advances*, 2023, vol. 18, article number 100368. DOI: [10.1016/j.mtadv.2023.100368](https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2023.100368).
7. Minenkov A., Mörtlbauer T., Arndt M., Hesser G., Angeli G., Groiss H., Towards a dependable TEM characterization of hot-dip galvanized steels with low and high Si content. *Materials & Design*, 2023, vol. 227, article number 111684. DOI: [10.1016/j.matdes.2023.111684](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.111684).

## The influence of preliminary plasma treatment of the 09G2S steel surface on the formation of a coating as a result of hot galvanizing

© 2024

**Olga S. Bondareva**\*<sup>1</sup>, PhD (Engineering),

assistant professor of Chair of Metal Technology and Aviation Materials Science

**Olga S. Dobychina**, postgraduate student of Chair of Metal Technology and Aviation Materials Science

**Leonid S. Kukankov**, student

**Yuliya N. Korotkova**, student

**Vitaly A. Tretyakov**, student

*Academician S.P. Korolev Samara National Research University, Samara (Russia)*

\*E-mail: osbondareva@ssau.ru,  
osbond@yandex.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4273-2483>

Received 27.06.2023

Accepted 22.11.2023

**Abstract:** In recent years, the range of silicon-containing steels subjected to hot galvanizing has been expanding. Alloying of steel with 0.5–1 % of silicon leads to the formation of a zinc coating of great thickness with a matte or multi-colored surface. This is associated with the changes in phase reactions between iron and zinc in the Fe–Zn–Si system. The development of ways to neutralize the negative influence of silicon on the formation of zinc coating is an urgent task. The purpose of the work is to study the influence of preliminary plasma cutting and plasma surface hardening of 09G2S (S355J2) steel on the thickness and structure of zinc coating formed on treated surfaces. It was found that after plasma cutting, the structure of the surface layer of steel is martensite, and after plasma surface hardening, it is martensite and ferrite. Analysis of the change in microhardness from the steel surface to the middle showed that the hardened layer depth is 400 μm. A zinc coating consisting of a δ-phase and a ζ-phase is formed on the surface of the steel without pretreatment. On the surface of the steel after plasma treatment, a zinc coating is formed characteristic of low-silicon steels and consisting of the δ-phase, ζ-phase, and η-phase. It was found that the thickness of the zinc coating on the surface after plasma cutting is two times less than on the untreated surface, and the reduction in the coating thickness occurs due to a decrease in the ζ-phase thickness. A hypothesis was suggested that the martensite formation on the steel surface leads to the disappearance of the ordered FeSi phase and changes the phase equilibrium in the Fe–Zn–Si system. Consequently, preliminary plasma treatment of the steel surface allows controlling the structure and thickness of the resulting zinc coating and is therefore recommended for introduction into the hot galvanizing process of silicon-containing steels.

**Keywords:** hot galvanizing; zinc coating; silicon-containing steels; Fe–Zn–Si; plasma treatment; surface hardening.

**For citation:** Bondareva O.S., Dobychina O.S., Kukankov L.S., Korotkova Yu.N., Tretyakov V.A. The influence of preliminary plasma treatment of the 09G2S steel surface on the formation of a coating as a result of hot galvanizing. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 23–31. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-2.

**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).

## Малоцикловая усталость 10 % Cr стали с высоким содержанием бора при комнатной температуре

© 2024

**Бражников Иван Сергеевич**<sup>\*1</sup>, инженер

Центра коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"»

**Федосеева Александра Эдуардовна**<sup>2</sup>, кандидат технических наук,старший научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов  
Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород (Россия)

\*E-mail: 1216318@bsu.edu.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-8069-7376><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4031-463X>

Поступила в редакцию 22.06.2023

Принята к публикации 16.02.2024

**Аннотация:** Высокохромистые стали мартенситного класса являются перспективным материалом для изготовления элементов котлов и паропроводов, а также лопаток и роторов паровых турбин новых энергоблоков тепловых электростанций, работающих на угле. Использование таких материалов даст возможность осуществить переход на суперсверхкритические параметры пара (температура 600–620 °С и давление 25–30 МПа), что позволит увеличить КПД энергоблоков до 45 %. Модификации химического состава высокохромистых сталей привели к существенному повышению жаропрочных характеристик, таких как предел длительной прочности – до 100 000 ч и предел ползучести – до 1 % на базе 100 000 ч, в то время как сопротивление разупрочнению в результате малоциклового усталости остается недостаточно изученным в данной области. Настоящая работа посвящена исследованию малоциклового усталости при комнатной температуре с различными амплитудами деформации высокохромистой стали мартенситного класса 10%Cr–3%Co–2%W–0,5%Mo–0,2%Cu–0,2%Re–0,003%N–0,01%B. Предварительно сталь была подвергнута нормализации с 1050 °С с последующим отпуском при 770 °С. После термической обработки структура стали представляла собой речный троостит отпуска, стабилизированный частицами вторичных фаз карбидов  $M_{23}C_6$ , карбонитридов  $NbX$  и карбидов  $M_6C$ . Средняя ширина мартенситных реек составляла 380 нм, а плотность дислокаций –  $1,4 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . При малоциклового усталости с увеличением амплитуды деформации с 0,2 до 1 % значительно снижается количество циклов до разрушения, а значение пластической деформации в середине количества циклов нагружения существенно увеличивается. Максимальное разупрочнение (18 %) наблюдается при амплитуде деформации 1 % в середине количества циклов нагружения. В целом структура стали после испытаний на малоцикловую усталость не претерпевает существенных изменений: ширина реек увеличивается на 18 % при амплитуде деформации более 0,3 %, при этом плотность дислокаций сохраняется на достаточно высоком уровне (около  $10^{14} \text{ м}^{-2}$ ) при всех амплитудах деформации.

**Ключевые слова:** жаропрочная сталь мартенситного класса; малоцикловая усталость; амплитуда деформации; циклическое разупрочнение; усталостное разрушение.

**Благодарности:** Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (соглашение № 19-73-10089-П). Ссылка на информацию о проекте: <https://rscf.ru/project/22-73-41001/>.

Авторы выражают благодарность Центру коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"» за предоставленное оборудование для проведения структурных исследований.

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

**Для цитирования:** Бражников И.С., Федосеева А.Э. Малоцикловая усталость 10 % Cr стали с высоким содержанием бора при комнатной температуре // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 33–42. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-3.

### ВВЕДЕНИЕ

9–12 % Cr стали рассматриваются в качестве перспективных материалов для изготовления элементов новых энергоблоков тепловых электростанций, работающих при суперсверхкритических параметрах пара (температура 600–620 °С, давление 25–30 МПа) [1]. Переход на новые суперсверхкритические параметры пара повысят КПД тепловых электростанций до 45 % [2; 3].

Структура 9–12 % Cr сталей представляет собой речный троостит отпуска, границы которого закреплены частицами карбидов  $M_{23}C_6$  (где  $M$  – Cr, Fe и Mo), а вы-

сокая плотность дислокаций внутри мартенситных реек удерживается мелкими карбонитридами  $MX$  (где  $M$  – V и/или Nb,  $X$  – C и/или N) [4; 5]. Установлено, что добавление небольшого количества бора в хром-молибденовые и хром-вольфрамовые стали позволяет значительно повысить сопротивление ползучести [6; 7]. Сегрегация бора на границах исходных аустенитных зерен (ИАЗ) упрочняет и предотвращает локальное размягчение этих границ в условиях ползучести [6; 7]. Кроме того, добавление бора снижает скорость укрупнения карбидов  $M_{23}C_6$ , выделяющихся на границах мартенситных реек, блоков, пакетов и ИАЗ [8]. С другой стороны,

в сталях с высоким содержанием азота бор имеет склонность к образованию крупных частиц нитрида бора BN, которые выступают источниками трещин и несплошностей при ползучести [1].

Помимо образования BN в сталях с высоким содержанием азота происходит трансформация мелких метастабильных частиц карбонитридов *MX* в крупные частицы термодинамически стабильной *Z*-фазы (Cr(V,Nb)N) при ползучести, что отрицательно сказывается на свойствах [9]. Снижение содержания азота до очень малых значений (менее 0,003 вес. %) решает сразу две задачи: 1) предотвращение образования крупных частиц BN и *Z*-фазы и 2) возможность увеличения содержания бора до 0,01 вес. %. При этом происходит существенный рост ИАЗ вплоть до 50–60 мкм [10]. Добавление кобальта, вольфрама, молибдена и рения в сталь замедляет диффузионно-контролируемые процессы при ползучести, такие как образование фазы Лавеса, укрупнение частиц и укрупнение реек, что также положительно сказывается на сопротивлении ползучести [11; 12]. Такой подход к легированию может позволить увеличить предел длительной прочности с 72 (для стали P92 [13]) до 100 МПа [14].

Хорошие показатели сопротивления ползучести демонстрирует новая перспективная 10 % Cr сталь мартенситного класса, которая была выбрана в качестве исследуемой в данной работе. Так, предел длительной прочности исследуемой стали составил 93 МПа при 650 °C на базе 100 000 ч, кроме того, отсутствует перелом на кривой длительной прочности [12]. Однако при эксплуатации лопаток паровых турбин могут образовываться трещины малоцикловой усталости [1].

На данный момент достаточно много работ, посвященных исследованию малоцикловой усталости высокохромистых сталей [15–17]. Высокохромистые стали в процессе испытания на малоцикловую усталость, как правило, демонстрируют три отдельных стадии: стадию быстрого разупрочнения, стабильную стадию и стадию окончательного разрушения из-за возникновения и распространения трещин [15; 18–20]. В [15] было обнаружено, что с повышением температуры испытания доля пластической деформации увеличивается, особенно при больших амплитудах деформации. Структура материала при увеличении температуры испытания на малоцикловую усталость также претерпевает существенные изменения, такие как образование субзерен и эволюция дислокационной структуры – от ячеистой при комнатной температуре к стеночной при повышенных температурах [19]. Увеличение температуры испытания вызывает рост расстояния между мартенситными рейками [16]. При испытании на малоцикловую усталость в условиях комнатной температуры циклическое разупроч-

нение зависит от размера реек и связано с динамической рекристаллизацией [20].

Поскольку исследуемую сталь предполагается применять в качестве материала изготовления лопаток паровых турбин, то подробного изучения характеристик ползучести недостаточно. Необходимо включить в исследование поведение при малоцикловой усталости. Результаты, касающиеся поведения стали 10%Cr–3%Co–2W–0,5Mo–0,2Cu–0,2Re–0,003N–0,01B при испытаниях на МЦУ, будут полезны для определения допустимых циклических нагрузок при эксплуатации деталей тепловых электростанций, изготовленных из исследуемых сталей.

Цель работы – выявление влияния величины амплитуды деформации при малоцикловой усталости на структурные изменения 10 % Cr стали мартенситного класса при комнатной температуре.

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Химический состав новой 10 % Cr мартенситной стали представлен в таблице 1. Сталь была отлита на предприятии ООО «СМСМ», Москва, в вакуумно-индукционной печи. Слитки после обдирки были гомогенизированы при температуре 1150 °C в течение 16 ч с последующей ковкой при этой же температуре до заготовок в виде прутков квадратного сечения со стороны квадрата 50 мм с последующим охлаждением на воздухе. Термическая обработка стали включала в себя нормализацию с температуры 1050 °C в течение 1 ч, охлаждение на воздухе с последующим отпуском при температуре 770 °C в течение 3 ч, охлаждение на воздухе.

Испытания на малоцикловую усталость (МЦУ) проводились на цилиндрических образцах по ГОСТ 25.502-79 с диаметром рабочей части 5 мм и уменьшенной до 18 мм расчетной длиной. Уменьшение расчетной длины образца обусловлено склонностью образцов мартенситных сталей к продольному изгибу при сжатии при высоких амплитудах деформации. Испытания проводились по схеме «растяжение – сжатие» с коэффициентом асимметрии (*R*), равным –1, при комнатной температуре с амплитудой деформации 0,2; 0,3; 0,6 и 1 % и частотой 0,5 Гц с использованием испытательной машины Instron 8801 (Великобритания). Для каждой амплитуды было использовано по одному образцу. Исследование микроструктуры в исходном состоянии и после испытания на МЦУ проводили на просвечивающем электронном микроскопе JEM JEOL-2100 (Япония), оснащенном энергодисперсионным спектрометром, при ускоряющем напряжении 200 кВ. Фольги для исследования микроструктуры были вырезаны из области, наиболее близко прилегающей к зоне излома. Плотность

**Таблица 1.** Химический состав стали 10%Cr–3%Co–2W–0,5Mo–0,2Cu–0,2Re–0,003N–0,01B, вес. %  
**Table 1.** Chemical composition of 10%Cr–3%Co–2W–0,5Mo–0,2Cu–0,2Re–0,003N–0,01B steel, wt. %

Fe	C	Cr	Co	W	Mo	Cu	V	Nb	Re	B	N
Основа	0,13	9,4	3,1	2,1	0,6	0,29	0,16	0,05	0,17	0,015	0,002



фольги. Размер мартенситных реек был определен методом случайных секущих на шести случайно выбранных участках структуры. Равновесная объемная доля частиц вторичных фаз была определена с использованием программного обеспечения Thermo-Calc (база данных TCFe7) (Швеция).

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### Структура после термической обработки

В результате термической обработки в 10 % Cr стали формируется довольно однородная структура троостита отпуска (рис. 1 а). Средний поперечный размер мартенситных реек составил  $(380 \pm 30)$  нм. Внутри реек наблюдаются как свободные дислокации (рис. 1 с), так и сетки дислокаций (рис. 1 б). Плотность дислокаций внутри реек достаточно высокая и составляет  $(1,4 \pm 0,5) \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ . Анализ реплик (рис. 1 d) показал, что в процессе термической обработки выделяются частицы карбидов  $M_{23}C_6$ , обогащенные хромом, частицы карбонитридов  $MX$ , обогащенные ниобием, а также очень малое количество частиц карбидов  $M_6C$ , обогащенных вольфрамом. Карбиды  $M_{23}C_6$  являются доминантной фазой и выделяются по границам ИАЗ, пакетов, блоков и мартенситных реек. Их средний размер составляет  $(70 \pm 5)$  нм, объемная доля – 2,35 %.

Карбонитриды  $NbX$  со средним размером 30 нм равномерно распределены по объему материала (рис. 1 d). Карбиды  $M_6C$  со средним размером 40 нм обнаружены по границам мартенситных реек (рис. 1 d). Объемные доли последних двух фаз незначительные и не превышают 0,1 %.

### Свойства при МЦУ при комнатной температуре

Результаты испытания на МЦУ при комнатной температуре представлены на рис. 2. При минимальной амплитуде деформации 0,2 % количество циклов до разрушения составило 213 822 (рис 2 а). Для исследуемой стали при увеличении амплитуды деформации количество циклов до разрушения существенно сокращается. Так, даже незначительное увеличение амплитуды деформации с 0,2 до 0,3 % снижает количество циклов на 1 порядок (рис. 2 а). Дальнейшее увеличение амплитуды деформации с 0,3 до 0,6 % снижает количество циклов еще в 8 раз (рис. 2 а). При самой большой амплитуде деформации 1 % количество циклов до разрушения снизилось до 488 циклов (рис. 2 а).

При сравнении количества циклов до разрушения при МЦУ исследуемой стали с другими 9–10 % Cr сталями [21–23] при амплитудах деформации 0,3 и 0,6 % было выявлено, что при амплитуде деформации 0,3 % исследуемая сталь демонстрирует 14 411 циклов до разрушения (рис. 2 б), что хорошо соотносится со значениями циклов до разрушения для других сталей [21–23]. С другой стороны, при амплитуде деформации 0,6 % исследуемая сталь показывает 1 815 циклов до разрушения, что более чем в 2 раза превышает количество циклов до разрушения для сталей, представленных в [21–23].

Петли гистерезиса при испытании на малоцикловую усталость обладают асимметрией, причем при увеличении амплитуды деформации растет асимметрия петли гистерезиса. При амплитуде деформации 0,2 % усталостное

разрушение происходит в основном при упругом деформировании, что в сочетании с количеством циклов до разрушения, превышающим 200 000, позволяет отнести это испытание к области многоцикловой усталости (рис. 3). Амплитуда напряжения при этом составляет 396,3 МПа. С увеличением амплитуды деформации с 0,2 до 1 % увеличивается вклад пластической составляющей деформации, разрушение происходит в упругопластической области (таблица 2). С увеличением амплитуды деформации с 0,2 до 1 % прирост амплитуды напряжения составил 30 %, при этом амплитуда пластической составляющей деформации возрастает в 95 раз.

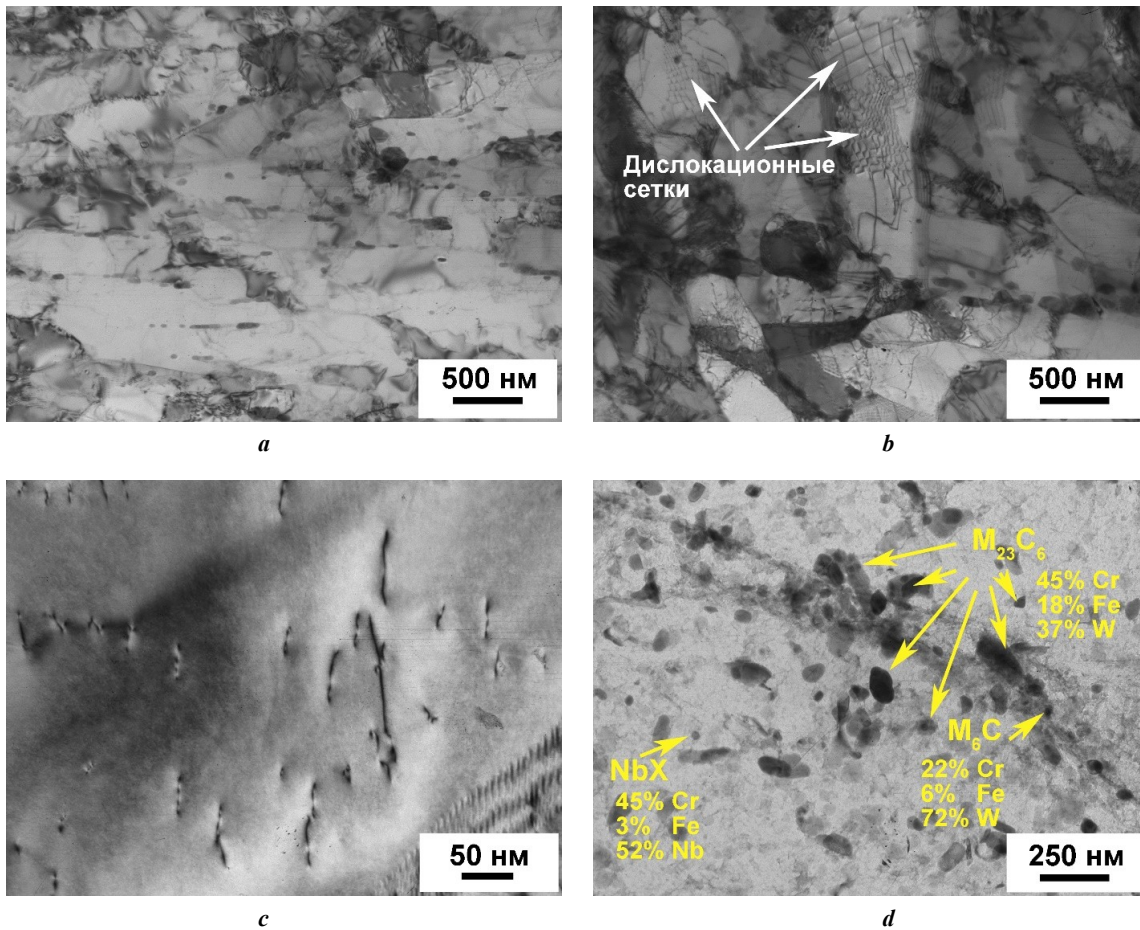
Во время испытаний на МЦУ при комнатной температуре происходит циклическое упрочнение исследуемой стали, что выражается в увеличении амплитуды напряжения с увеличением количества циклов по отношению к напряжению первого цикла (рис. 4 а). Это характерно для всех амплитуд деформации. Так, например, при амплитуде деформации 0,2 % исследуемая сталь упрочнялась вплоть до 60 циклов, и один уровень амплитуды напряжений сохраняется вплоть до разрушения. При амплитуде деформации 1 % сталь упрочнилась до 6 циклов, после чего наблюдалось снижение амплитуды напряжения относительно первого цикла (рис. 4 а). Снижение амплитуды напряжения по отношению к напряжению первого цикла свидетельствует о разупрочнении материала. С другой стороны, такое снижение амплитуды напряжения по отношению к напряжению первого цикла может быть вызвано снижением усилия в связи с образованием шейки (снижения площади поперечного сечения).

Видно, что при амплитуде деформации 0,2 % степень разупрочнения отрицательная, что говорит о том, что вплоть до 50 % от общего количества циклов до разрушения амплитуда напряжения выше, чем амплитуда напряжения первого цикла (рис. 4 б). Однако даже при незначительном повышении амплитуды деформации до 0,3 % значение амплитуды напряжения материала становится ниже напряжения первого цикла уже на 5 % от общего количества циклов до разрушения. При этом степень разупрочнения увеличивается в 2 раза при 50 % от общего числа циклов до разрушения.

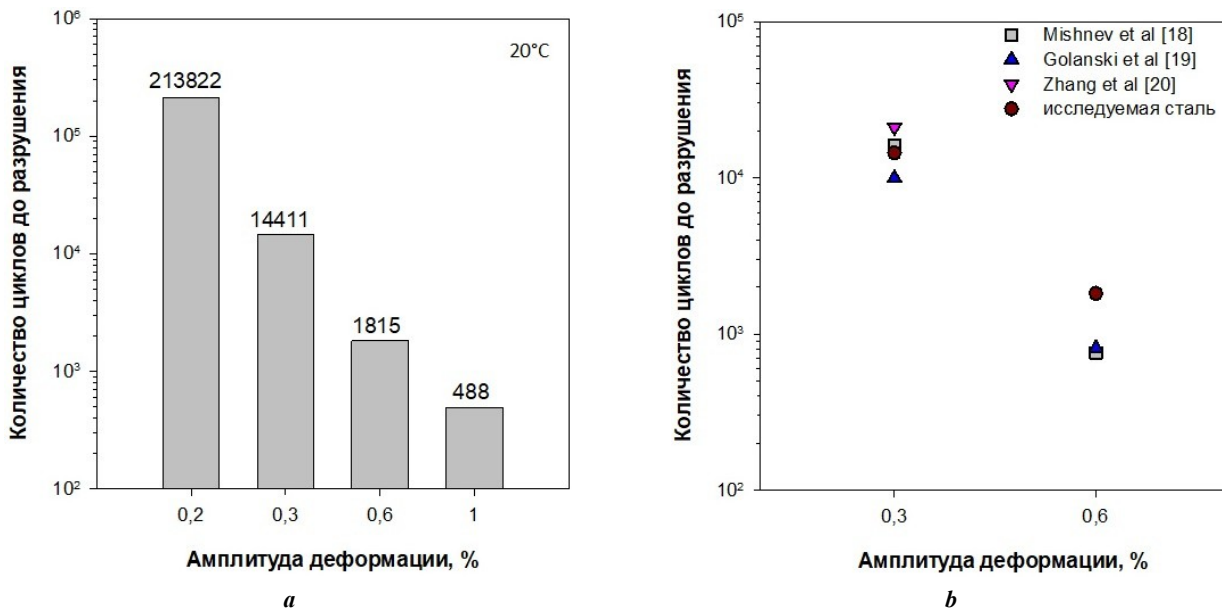
Следует отметить, что при амплитуде деформации 0,6 % степень циклического разупрочнения даже при 50 % от общего числа циклов до разрушения не превышает 10 % и сопоставима с амплитудой 0,3 %. При амплитуде 1 % наблюдается максимальное разупрочнение исследуемой стали, которое составляет 18 %, при 40 и 50 % от общего количества циклов до разрушения.

### Фрактография изломов

Относительное сужение образцов после МЦУ существенно увеличивается с 5 до 20 % для амплитуды от 0,2 до 1 %, что вызвано увеличением пластической составляющей деформации. На поверхности излома можно явно выделить две зоны: зону усталостного разрушения и зону долома (окончательного разрушения) (рис. 5). В зоне усталостного разрушения можно различить бороздки усталости. Зона долома имеет вязкий характер, выраженный мелкими ямками. Оценка доли зоны усталостного разрушения по отношению ко всей поверхности излома выявила, что эта величина не зависит от амплитуды деформации и составляет от 45 до 60 %.



**Рис. 1.** Изображения микроструктуры исследуемой 10 % Cr стали после термической обработки, полученные методом ПЭМ тонких фольг (а–с) и углеродных реплик (d)  
**Fig. 1.** Images of the microstructure of the 10 % Cr steel under study after heat treatment, obtained by TEM method of thin foils (a–c) and carbon replicas (d)



**Рис. 2.** Зависимость количества циклов до разрушения от амплитуды деформации для исследуемой стали (а), а также сравнение количества циклов до разрушения при малоцикловой усталости исследуемой стали с другими 9–10 % Cr сталями [21–23] при амплитудах деформации 0,3 и 0,6 % (b)  
**Fig. 2.** Dependence of the number of cycles to failure on the strain amplitude for the steel under study (a) and a comparison of the number of cycles to failure during low-cycle fatigue of the steel under study with other 9–10 % Cr steels [21–23] at strain amplitudes of 0.3–0.6 % (b)

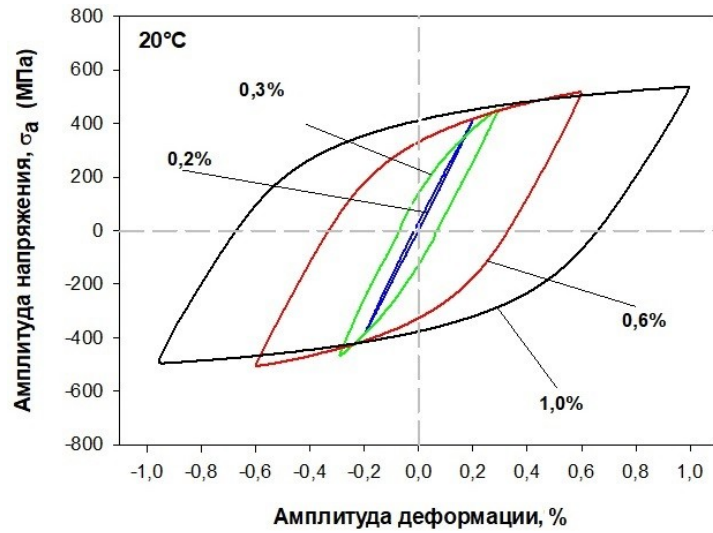


Рис. 3. Петли гистерезиса «Амплитуда напряжения – амплитуда деформации» в середине количества циклов нагружения при температуре испытания 20 °С для 10 % Cr стали

Fig. 3. “Stress amplitude – strain amplitude” hysteresis loops in the middle of the number of loading cycles at a test temperature of 20 °C for 10 % Cr steel

Таблица 2. Данные малоцикловой усталости в середине количества циклов нагружения  
Table 2. Data of low-cycle fatigue in the middle of the number of loading cycles

Характеристики малоцикловой усталости	Амплитуда деформации $\varepsilon_{ac}$ , %			
	0,2	0,3	0,6	1
Амплитуда напряжения, $\sigma_a \frac{N}{2}$ , МПа	396,3	459,8	511,1	515,7
Амплитуда пластической составляющей деформации $\varepsilon_{ар}$ , %	0,007	0,073	0,33	0,666

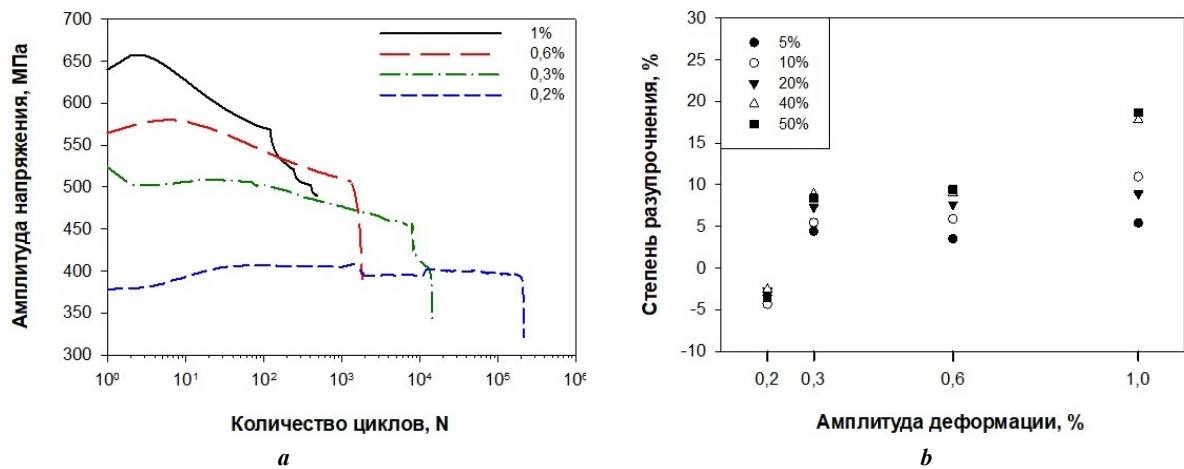


Рис. 4. Зависимость амплитуды напряжения от количества циклов при амплитуде деформации 0,2; 0,3; 0,6 и 1 % (а) совместно со степенью циклического разупрочнения по отношению к напряжению первого цикла при различных долях от максимального количества циклов до разрушения (б)

Fig. 4. Dependence of the stress amplitude on the number of cycles at a strain amplitude of 0.2, 0.3, 0.6, and 1 % (a) together with the degree of fatigue softening in relation to the first cycle stress at different fractions of the maximum number of cycles before failure (b)

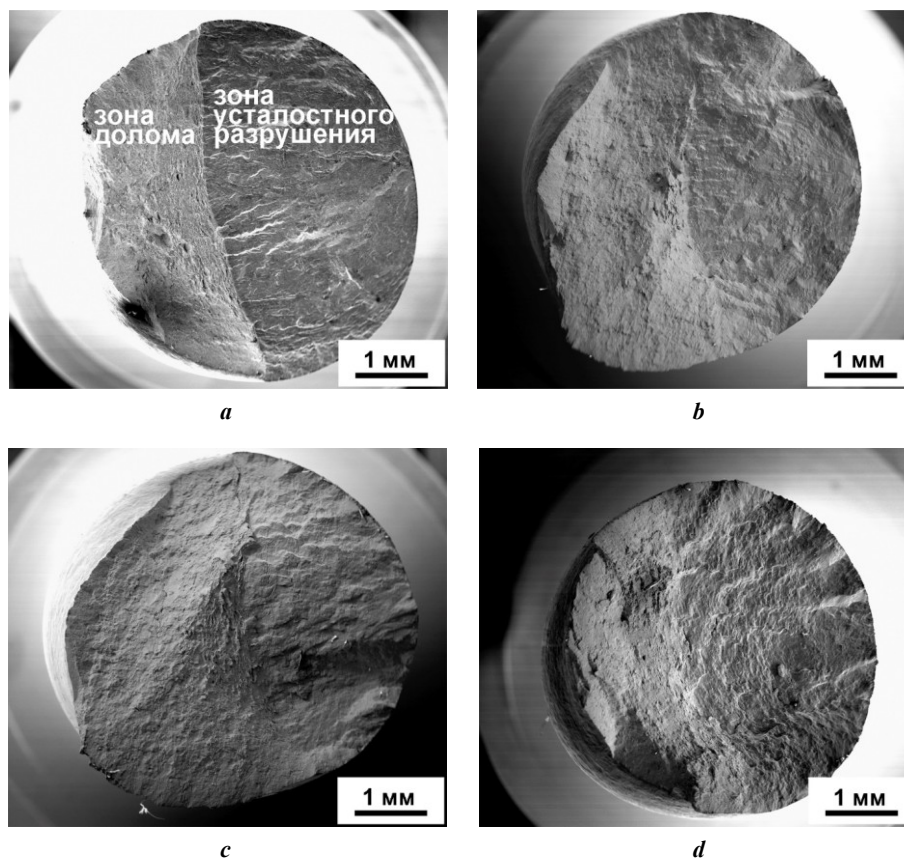


Рис. 5. Фрактография изломов разрушенных образцов после испытаний на малоцикловую усталость при амплитудах деформации 0,2 % (а), 0,3 % (b), 0,6 % (c) и 1 % (d)

Fig. 5. Fractography of fractures of destroyed samples after low-cycle fatigue tests at strain amplitudes of 0.2 % (a), 0.3 % (b), 0.6 % (c), and 1 % (d)

### Структура после МЦУ

После испытаний на МЦУ при всех амплитудах деформации структура троостита отпуска, сформированная при термической обработке, сохраняется (рис. 6). После испытания на МЦУ с амплитудой деформации 0,2 % (количество циклов более 200 000) средняя ширина реек составляет  $(370 \pm 30)$  нм, что совпадает со значением до испытания (таблица 3). При этом плотность свободных дислокаций внутри мартенситных реек также не меняется по сравнению с исходным состоянием и составляет  $(1,4 \pm 0,5) \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$  (таблица 3).

С увеличением амплитуды деформации вплоть до 1 % наблюдается незначительное увеличение ширины мартенситных реек до  $(460 \pm 30)$  нм (таблица 2), что вызвано появлением пластической составляющей деформации (таблица 1). Отметим, что плотность дислокаций меняется на уровне погрешности с увеличением амплитуды деформации. Отметим также отсутствие существенных изменений в дисперсиях частиц вторичных фаз после испытаний на МЦУ.

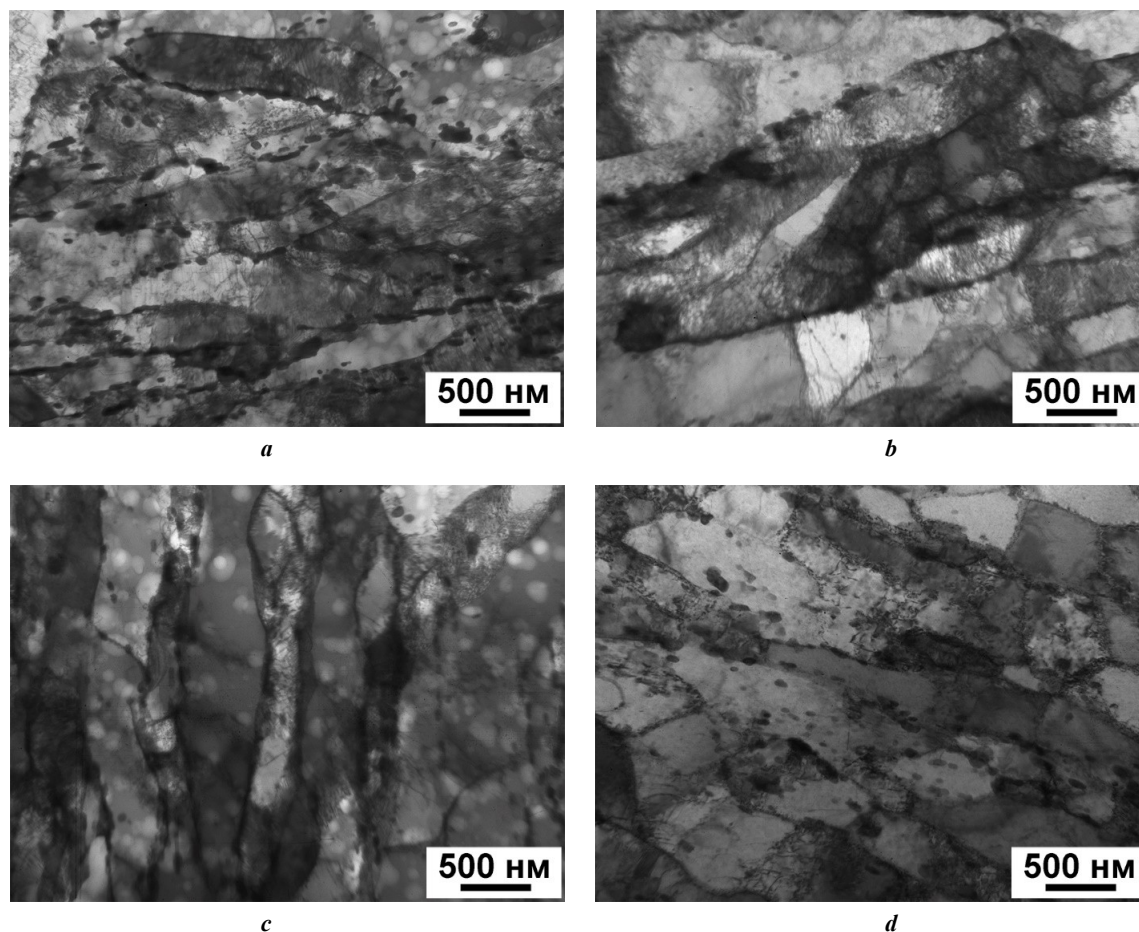
### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Количество циклов до разрушения при амплитуде деформации 0,2 % прошло условный порог в  $5 \times 10^4$  циклов, что говорит о переходе из области МЦУ в область многоцикловой усталости. Однако при увеличении амплитуды деформации до 1 % количество циклов до разрушения не превышает  $2 \times 10^4$  циклов, что говорит

о том, что для данной стали испытания с заданной амплитудой деформации выше 0,3 % остаются в области МЦУ. Асимметрия петли на рис. 3 связана с эффектом Баушингера: чем шире петля, тем больше баушингеровская деформация [21]. Для исследуемой стали можно заметить, что при увеличении амплитуды деформации в середине количества циклов нагружения ширина петли гистерезиса увеличивается. Следует отметить, что при амплитуде деформации 0,2 % петля гистерезиса практически симметричная, а соответственно, баушингеровская деформация в таком случае крайне мала. Таким образом, ширина петли при амплитуде деформации 0,2 % наглядно демонстрирует преимущественно упругое деформирование в процессе испытания.

Отсутствие трансформаций реечных границ в субзеренные границы путем взаимодействия реечных границ и свободных дислокаций вызвано низкой температурой испытаний. При комнатной температуре взаимодействие даже между свободными дислокациями протекает медленно [22]. Дальнедействующие поля упругих напряжений от дислокаций и малоугловых реечных границ препятствуют захвату дислокаций границами [21], что ведет к отсутствию видимых изменений в структуре после испытаний на МЦУ при амплитуде деформации 0,2 %. Более того, такая структура демонстрирует циклическое упрочнение (рис. 4). Стоит отметить, что циклическое упрочнение на первых циклах при комнатной температуре также наблюдается в работе [21]. Напротив, +24 %





**Рис. 6.** Микроструктура исследуемой стали после испытания на малоцикловую усталость при амплитудах деформации 0,2 % (а), 0,3 % (b), 0,6 % (c) и 1 % (d)

**Fig. 6.** Microstructure of the steel under study after low-cycle fatigue testing at strain amplitudes of 0.2 % (a), 0.3 % (b), 0.6 % (c), and 1 % (d)

**Таблица 3.** Микроструктурные параметры стали 10%Cr–3%Co–2%W–0,5%Mo–0,2%Cu–0,2%Re–0,003%N–0,01%B после испытания на малоцикловую усталость

**Table 3.** Microstructural parameters of 10%Cr–3%Co–2%W–0.5Mo–0.2Cu–0.2Re–0.003N–0.01B steel after low-cycle fatigue tests

Амплитуда деформации, %	0,2	0,3	0,6	1
Плотность дислокаций, $\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$	1,4 $\pm$ 0,5	2,4 $\pm$ 0,5	1,1 $\pm$ 0,5	1,9 $\pm$ 0,5
Ширина реек, нм	370 $\pm$ 30	450 $\pm$ 30	460 $\pm$ 30	460 $\pm$ 30

уширения мартенситных реек после испытаний на МЦУ при более высоких амплитудах деформации вследствие появления пластической составляющей деформации может привести к циклическому разупрочнению (рис. 4). Так, субструктурное упрочнение от мартенситных реек может быть оценено с использованием уравнения Лэнгфорда – Коэна [24]:

$$\sigma_{\text{реек}} = \frac{k_y}{2l},$$

где  $k_y$  – коэффициент упрочнения (0,0862 МПа $\times$ м [24]);  $l$  – ширина мартенситных реек.

Величина упрочнения в исходном состоянии составляла 113 МПа (при ширине реек 380 нм (таблица 3)), в то время как уширение реек до 450–460 нм после МЦУ при 0,3–1 % амплитуды деформации (таблица 3) приводит к снижению субструктурного упрочнения до 94–96 МПа. С другой стороны, увеличение относительного сужения (снижения площади сечения) вызывает снижение усилия, а не напряжения, что может выражаться в виде кажущегося снижения деформирующего напряжения после образования шейки. Так, при амплитуде 1 % относительное



**Таблица 4.** Величины разупрочнения из-за уширения реек, относительного сужения и значения снижения амплитуды напряжения для определенного цикла в сравнении с первым циклом нагружения для различных амплитуд деформаций, %  
**Table 4.** The values of softening due to the widening of the laths, relative reduction and the decrease in the stress amplitude for a certain cycle compared to the first loading cycle for various strain amplitudes, %

Амплитуда деформации	0,2	0,3	0,6	1
Разупрочнение вследствие уширения мартенситных реек	–	15	17	17
Относительное сужение	5	12	8	20
Снижение амплитуды напряжения по отношению к напряжению первого цикла при 50 % от общего числа циклов до разрушения	–	8	9	19

сужение достигает 20 %, и примерно на эту же величину происходит разупрочнение.

Чтобы выявить природу разупрочнения, в таблице 4 просуммированы величины разупрочнения из-за уширения реек, величины относительного сужения и значения снижения амплитуды напряжения для определенного цикла в сравнении с первым циклом нагружения. Сопоставление данных из таблицы 4 показало, что разупрочнение материала при МЦУ при высоких амплитудах деформации обусловлено началом увеличения относительного сужения (снижения площади сечения), а не структурным фактором.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Установлено, что увеличение амплитуды деформации с 0,2 до 1 % снижает количество циклов до разрушения на 3 порядка. Максимальное разупрочнение в 18 % наблюдается при амплитуде деформации 1 % в середине количества циклов нагружения. При этом исследуемая сталь после испытаний на МЦУ сохраняет структуру троостита отпуска, сформированную при термической обработке, без существенных изменений. Разупрочнение материала вызвано началом увеличения относительного сужения образцов.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Кайбышев Р.О., Скоробогатых В.Н., Щенкова И.А. Новые стали мартенситного класса для тепловой энергетики. Жаропрочные свойства // Физика металлов и металловедение. 2010. Т. 109. № 2. С. 200–215. EDN: [LOIWVD](#).
2. Abe F., Kern T.-U., Viswanathan R. Creep-resistant steels. Cambridge: Woodhead Publishing, 2008. 800 p.
3. Kern T.U., Staubli M., Scarlin B. The European efforts in material development for 650 °C USC power plants – COST522 // ISIJ international. 2002. Vol. 42. № 12. P. 1515–1519. DOI: [10.2355/isijinternational.42.1515](#).
4. Bladesha H.K.D.H., Design of ferritic creep-resistant steels // ISIJ international. 2001. Vol. 41. № 6. P. 626–640. DOI: [10.2355/isijinternational.41.626](#).
5. Kostka A., Tak K.-G., Hellmig R.J., Estrin Y., Eggeler G. On the contribution of carbides and micrograin boundaries to the creep strength of tempered martensite ferritic steels // Acta Materialia. 2007. Vol. 55. № 2. P. 539–550. DOI: [10.1016/j.actamat.2006.08.046](#).
6. Abe F. Effect of boron on microstructure and creep strength of advanced ferritic power plant steels // Procedia Engineering. 2011. Vol. 10. P. 94–99. DOI: [10.1016/j.proeng.2011.04.018](#).
7. Takahashi N., Fujita T. The Effect of Boron on the Long Period Creep Rupture Strength of the Modified 12% Chromium Heat Resisting Steel // Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan. 1976. Vol. 16. № 11. P. 606–613. DOI: [10.2355/isijinternational1966.16.606](#).
8. Kaibyshev R., Mishnev R., Fedoseeva A., Dudova N. The role of microstructure in creep strength of 9–12% Cr steels // Materials Science Forum. 2017. Vol. 879. P. 36–41. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.879.36](#).
9. Danielsen H.K. Review of Z phase precipitation in 9–12 wt-% Cr steels // Materials Science and Technology. 2016. Vol. 32. № 2. P. 126–137. DOI: [10.1179/1743284715Y.0000000066](#).
10. Nikitin I.S., Fedoseeva A.E. Effect of the Normalizing Temperature on the Short-Time Creep of Martensitic 10Cr–3Co–3W–0.2Re Steel with a Low Nitrogen Content // Russian Metallurgy (Metally). 2022. Vol. 2022. P. 753–763. DOI: [10.1134/S0036029522070102](#).
11. Knezevic V., Balun J., Sauthoff G., Inden G., Schneider A. Design of martensitic/ferritic heat-resistant steels for application at 923 K with supporting thermodynamic modeling // Materials Science and Engineering: A. 2008. Vol. 477. № 1-2. P. 334–343. DOI: [10.1016/j.msea.2007.05.047](#).
12. Fedoseeva A.E. Creep Resistance and Structure of 10% Cr–3% Co–2% W–0.29% Cu–0.17% Re Steel with Low Nitrogen and High Boron Contents for Unit Components of Coal Power Plants // Physical Mesomechanics. 2024. Vol. 27. P. 88–101. DOI: [10.1134/S1029959924010090](#).
13. Haarmann K., Vaillant J.C., Vandenberghe B., Bendick W., Arbab A. The T92/P92 Book. Boulogne: Vallourec and Mannesmann tubes, 1998. 62 p.
14. Dudova N., Mishnev R., Kaibyshev R. Creep behavior of a 10%Cr heat-resistant martensitic steel with low nitrogen and high boron contents at 650 °C // Materials Science and Engineering: A. 2019. Vol. 766. Article number 138353. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138353](#).
15. Wang Quanyi, Wang Qingyuan, Gong Xiufang, Wang Tianjian, Zhang Wei, Li Lang, Liu Yongjie, He Chao, Wang Chong, Zhang Hong. A comparative study of low cycle fatigue behavior and microstructure of Cr-based steel at room and high temperatures // Materials & Design. 2020. Vol. 195. Article number 109000. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.109000](#).

16. Zhang Zhe, Li Xiaofei, Yu Yaohua, Li Bingbing, Zhang Bo, Ma Yushan, Chen Xu. Effects of temperature and strain amplitude on low-cycle fatigue behavior of 12Cr13 martensitic stainless steel // *Journal of Materials Research and Technology*. 2024. Vol. 29. P. 1414–1427. DOI: [10.1016/j.jmrt.2024.01.162](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.01.162).
17. Mao Jianfeng, Zhu Jian, Li Xiangyang, Wang Dasheng, Zhong Fengping, Chen Jichang. Effect of strain amplitude and temperature on creep-fatigue behaviors of 9–12% Cr steel // *Journal of Mechanical Science and Technology*. 2022. Vol. 36. № 5. P. 2265–2276. DOI: [10.1007/s12206-022-0409-y](https://doi.org/10.1007/s12206-022-0409-y).
18. Chen Furen, Zhang Wei, Zhang Kaihao, Yang Qiaofa, Wang Xiaoxiao, Zhou Changyu. Low cycle fatigue and creep-fatigue interaction behavior of 2.25CrMoV steel at high temperature // *Journal of Materials Research and Technology*. 2024. Vol. 28. P. 3155–3165. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.12.233](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.12.233).
19. Shi Shouwen, Cui Jianpeng, Li Haiyan, Chen Gang, Lin Qiang, Chen Xu. Cyclic stress response and microcrack initiation mechanism of modified 9Cr1Mo steel under low cycle fatigue at room temperature and 350 °C // *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*. 2023. Vol. 46. № 7. P. 2525–2538. DOI: [10.1111/ffe.14015](https://doi.org/10.1111/ffe.14015).
20. Zhang Xiaodong, Wang Tianjian, Gong Xiufang, Li Qingsong, Liu Yongjie, Wang Quanyi, Zhang Hong, Wang Qingyuan. Low cycle fatigue properties, damage mechanism, life prediction and microstructure of MarBN steel: Influence of temperature // *International Journal of Fatigue*. 2021. Vol. 144. Article number 106070. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2020.106070](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.106070).
21. Mishnev R., Dudova N., Kaibyshev R. Low cycle fatigue behavior of a 10Cr–2W–Mo–3Co–NbV steel // *International Journal of Fatigue*. 2016. Vol. 83-2. P. 344–355. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2015.11.008](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.11.008).
22. Golański G., Mroziński S. Low cycle fatigue and cyclic softening behaviour of martensitic cast steel // *Engineering Failure Analysis*. 2013. Vol. 35. P. 692–702. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2013.06.019](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.06.019).
23. Zhang Zhen, Hu Zheng-fei, Fan Li-kun, Wang Bin. Low cycle fatigue behavior and cyclic softening of P92 ferritic-martensitic steel // *Journal of Iron and Steel Research International*. 2015. Vol. 22. P. 534–542. DOI: [10.1016/S1006-706X\(15\)30037-6](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(15)30037-6).
24. Langford G., Cohen M. Strain hardening of iron by severe plastic deformation // *American Society for Metals Transactions*. 1969. Vol. 62. P. 623–638.
5. Kostka A., Tak K.-G., Hellmig R.J., Estrin Y., Eggeler G. On the contribution of carbides and micrograin boundaries to the creep strength of tempered martensite ferritic steels. *Acta Materialia*, 2007, vol. 55, no. 2, pp. 539–550. DOI: [10.1016/j.actamat.2006.08.046](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.08.046).
6. Abe F. Effect of boron on microstructure and creep strength of advanced ferritic power plant steels. *Procedia Engineering*, 2011, vol. 10, pp. 94–99. DOI: [10.1016/j.proeng.2011.04.018](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2011.04.018).
7. Takahashi N., Fujita T. The Effect of Boron on the Long Period Creep Rupture Strength of the Modified 12% Chromium Heat Resisting Steel. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 1976, vol. 16, no. 11, pp. 606–613. DOI: [10.2355/isijinternational1966.16.606](https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.16.606).
8. Kaibyshev R., Mishnev R., Fedoseeva A., Dudova N. The role of microstructure in creep strength of 9-12% Cr steels. *Materials Science Forum*, 2017, vol. 879, pp. 36–41. DOI: [10.4028/www.scientific.net/MSF.879.36](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.879.36).
9. Danielsen H.K. Review of Z phase precipitation in 9–12 wt-% Cr steels. *Materials Science and Technology*, 2016, vol. 32, no. 2, pp. 126–137. DOI: [10.1179/1743284715Y.0000000066](https://doi.org/10.1179/1743284715Y.0000000066).
10. Nikitin I.S., Fedoseeva A.E. Effect of the Normalizing Temperature on the Short-Time Creep of Martensitic 10Cr–3Co–3W–0.2Re Steel with a Low Nitrogen Content. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2022, vol. 2022, pp. 753–763. DOI: [10.1134/S0036029522070102](https://doi.org/10.1134/S0036029522070102).
11. Knezevic V., Balun J., Sauthoff G., Inden G., Schneider A. Design of martensitic/ferritic heat-resistant steels for application at 923 K with supporting thermodynamic modeling. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 477, no. 1-2, pp. 334–343. DOI: [10.1016/j.msea.2007.05.047](https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.05.047).
12. Fedoseeva A.E. Creep Resistance and Structure of 10% Cr–3% Co–2% W–0.29% Cu–0.17% Re Steel with Low Nitrogen and High Boron Contents for Unit Components of Coal Power Plants. *Physical Mesomechanics*, 2024, vol. 27, pp. 88–101. DOI: [10.1134/S1029959924010090](https://doi.org/10.1134/S1029959924010090).
13. Haarmann K., Vaillant J.C., Vandenberghe B., Bendick W., Arbab A. *The T92/P92 Book*. Boulogne, Vallourec and Mannesmann tubes Publ., 1998. 62 p.
14. Dudova N., Mishnev R., Kaibyshev R. Creep behavior of a 10%Cr heat-resistant martensitic steel with low nitrogen and high boron contents at 650 °C. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 766, article number 138353. DOI: [10.1016/j.msea.2019.138353](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138353).
15. Wang Quanyi, Wang Qingyuan, Gong Xiufang, Wang Tianjian, Zhang Wei, Li Lang, Liu Yongjie, He Chao, Wang Chong, Zhang Hong. A comparative study of low cycle fatigue behavior and microstructure of Cr-based steel at room and high temperatures. *Materials & Design*, 2020, vol. 195, article number 109000. DOI: [10.1016/j.matdes.2020.109000](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109000).
16. Zhang Zhe, Li Xiaofei, Yu Yaohua, Li Bingbing, Zhang Bo, Ma Yushan, Chen Xu. Effects of temperature and strain amplitude on low-cycle fatigue behavior of 12Cr13 martensitic stainless steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, vol. 29, pp. 1414–1427. DOI: [10.1016/j.jmrt.2024.01.162](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.01.162).
17. Mao Jianfeng, Zhu Jian, Li Xiangyang, Wang Dasheng, Zhong Fengping, Chen Jichang. Effect of strain amplitude and temperature on creep-fatigue behaviors of 9–12% Cr steel. *Journal of Mechanical Science and*

## REFERENCES

1. Kaybyshev R.O., Skorobogatykh V.N., Shchenkova I.A. New martensitic steels for fossil power plant: creep resistance. *The Physics of Metals and Metallography*, 2010, vol. 109, no. 2, pp. 186–200. EDN: [MXPLYJ](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.01.162).
2. Abe F., Kern T.-U., Viswanathan R. *Creep-resistant steels*. Cambridge, Woodhead Publishing, 2008. 800 p.
3. Kern T.U., Staubli M., Scarlin B. The European efforts in material development for 650 °C USC power plants-COST522. *ISIJ international*, 2002, vol. 42, no. 12, pp. 1515–1519. DOI: [10.2355/isijinternational.42.1515](https://doi.org/10.2355/isijinternational.42.1515).
4. Bladesha H.K.D.H., Design of ferritic creep-resistant steels. *ISIJ international*, 2001, vol. 41, no. 6, pp. 626–640. DOI: [10.2355/isijinternational.41.626](https://doi.org/10.2355/isijinternational.41.626).

- Technology*, 2022, vol. 36, no. 5, pp. 2265–2276. DOI: [10.1007/s12206-022-0409-y](https://doi.org/10.1007/s12206-022-0409-y).
18. Chen Furen, Zhang Wei, Zhang Kaihao, Yang Qiaofa, Wang Xiaoxiao, Zhou Changyu. Low cycle fatigue and creep-fatigue interaction behavior of 2.25CrMoV steel at high temperature. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, vol. 28, pp. 3155–3165. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.12.233](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.12.233).
  19. Shi Shouwen, Cui Jianpeng, Li Haiyan, Chen Gang, Lin Qiang, Chen Xu. Cyclic stress response and microcrack initiation mechanism of modified 9Cr1Mo steel under low cycle fatigue at room temperature and 350 °C. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 2023, vol. 46, no. 7, pp. 2525–2538. DOI: [10.1111/ffe.14015](https://doi.org/10.1111/ffe.14015).
  20. Zhang Xiaodong, Wang Tianjian, Gong Xiufang, Li Qingsong, Liu Yongjie, Wang Quanyi, Zhang Hong, Wang Qingyuan. Low cycle fatigue properties, damage mechanism, life prediction and microstructure of MarBN steel: Influence of temperature. *International Journal of Fatigue*, 2021, vol. 144, article number 106070. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2020.106070](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2020.106070).
  21. Mishnev R., Dudova N., Kaibyshev R. Low cycle fatigue behavior of a 10Cr–2W–Mo–3Co–NbV steel. *International Journal of Fatigue*, 2016, vol. 83-2, pp. 344–355. DOI: [10.1016/j.ijfatigue.2015.11.008](https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.11.008).
  22. Golański G., Mroziński S. Low cycle fatigue and cyclic softening behaviour of martensitic cast steel. *Engineering Failure Analysis*, 2013, vol. 35, pp. 692–702. DOI: [10.1016/j.engfailanal.2013.06.019](https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.06.019).
  23. Zhang Zhen, Hu Zheng-fei, Fan Li-kun, Wang Bin. Low cycle fatigue behavior and cyclic softening of P92 ferritic-martensitic steel. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2015, vol. 22, pp. 534–542. DOI: [10.1016/S1006-706X\(15\)30037-6](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(15)30037-6).
  24. Langford G., Cohen M. Strain hardening of iron by severe plastic deformation. *American Society for Metals Transactions*, 1969, vol. 62, pp. 623–638.

## Low-cycle fatigue of 10 % Cr steel with high boron content at room temperature

© 2024

Ivan S. Brazhnikov\*<sup>1</sup>, engineer

of the Joint Research Center of Belgorod State National Research University “Technology and Materials”

Alexandra E. Fedoseeva<sup>2</sup>, PhD (Engineering),

senior researcher of the Laboratory of Mechanical Properties of Nanostructured Materials and Superalloys

Belgorod State National Research University, Belgorod (Russia)

\*E-mail: 1216318@bsu.edu.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0008-8069-7376><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4031-463X>

Received 22.06.2023

Accepted 16.02.2024

**Abstract:** High-chromium martensitic steels are a promising material for the production of elements of boilers and steam pipelines, as well as blades and rotors of steam turbines for new coal-burning thermal generating units. The use of such materials will give an opportunity for the transition to ultra-supercritical steam parameters (temperature of 600–620 °C and pressure of 25–30 MPa), which will allow increasing the efficiency of generating units to 45 %. Modifications of the chemical composition of high-chromium steels have led to significant improvements of high-temperature properties such as 100,000 h creep strength and 1 % creep limit, while resistance to softening due to low-cycle fatigue remains understudied in this field. This work covers the study of low-cycle fatigue at room temperature with different amplitudes of deformation of martensitic high-chromium 10%Cr–3%Co–2%W–0.5%Mo–0.2%Cu–0.2%Re–0.003%N–0.01%B steel. The steel was pre-subjected to normalizing at 1050 °C followed by tempering at 770 °C. After heat treatment, the steel structure was a tempered martensitic lath structure stabilised by the particles of secondary phases of M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> carbides, NbX carbonitrides, and M<sub>6</sub>C carbides. The average width of martensite laths was 380 nm, and the dislocation density was 1.4×10<sup>14</sup> m<sup>-2</sup>. At low-cycle fatigue, with an increase in the strain amplitude from 0.2 to 1 %, the number of cycles before failure significantly decreases, and the value of plastic deformation in the middle of the number of loading cycles significantly increases. Maximum softening (18 %) is observed at a strain amplitude of 1 % in the middle of the number of loading cycles. In general, the steel structure after low-cycle fatigue tests does not undergo significant changes: the width of the laths increases by 18 % at a strain amplitude of more than 0.3 %, while the dislocation density remains at a rather high level (about 10<sup>14</sup> m<sup>-2</sup>) at all strain amplitudes.

**Keywords:** martensitic heat-resistant steel; low-cycle fatigue; strain amplitude; fatigue softening; fatigue failure.

**Acknowledgements:** The work was financially supported by the Russian Science Foundation (Agreement No. 19-73-10089-II). Link to information about the project: <https://rscf.ru/project/22-73-41001/>.

The authors express their gratitude to the Joint Research Center of Belgorod State National Research University “Technology and Materials” for the equipment provided for carrying out structural studies.

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:** Brazhnikov I.S., Fedoseeva A.E. Low-cycle fatigue of 10 % Cr steel with high boron content at room temperature. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 33–42. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-3.

## Влияние геометрии инструмента на формирование сварного соединения при сварке трением с перемешиванием алюминиевого сплава АМг5

© 2024

*Зыбин Игорь Николаевич*\*<sup>1</sup>, кандидат технических наук, доцент,  
доцент кафедры «Технологии соединения и обработки материалов»

*Бузырева Дарья Алексеевна*, магистрант

*Калужский филиал Московского государственного технического университета имени Н.Э. Баумана, Калуга (Россия)*

\*E-mail: igor.zybin@bmstu.ru,  
igor.zybin@mail.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5738-4231>

Поступила в редакцию 18.10.2023

Принята к публикации 08.02.2024

**Аннотация:** Одним из важных параметров, влияющих на формирование сварного шва при сварке трением с перемешиванием, является геометрия инструмента, которая влияет на процессы тепловыделения и перемешивания металлов в зоне соединения. От протекания этих процессов зависит получение качественного и прочного сварного соединения без дефектов сплошности. В связи с этим представляется актуальным анализ влияния геометрии инструмента на параметры режима сварки, при которых сварное соединение формируется без дефектов сплошности, а также на прочность сварного соединения при статическом растяжении. В работе рассмотрено влияние цилиндрической и конической форм пина инструмента, а также конической формы пина с резьбой на наружной поверхности и спиральной канавкой на торцевой поверхности заплечика инструмента на параметры режима сварки, при которых сварное соединение формируется без дефектов сплошности. Показано, что изменение формы рабочей поверхности пина с цилиндрической на коническую не оказало влияния на диапазон параметров режима сварки, при которых сварное соединение формируется без дефектов сплошности. Установлено, что наличие резьбы на наружной поверхности пина и канавки на торцевой поверхности заплечика позволяет получать сварные соединения без дефектов сплошности в более широком диапазоне параметров режима сварки по сравнению с более простой геометрией инструмента. Рассмотрена макроструктура сварных соединений, полученных при использовании различных геометрических форм инструмента. Установлено, что рассмотренная геометрия инструмента практически не влияет на максимальные значения прочности сварных соединений, полученных сваркой трением с перемешиванием, и достигает 95 % от прочности основного металла.

**Ключевые слова:** сварка трением с перемешиванием; АМг5; геометрия инструмента; прочность сварного соединения без дефектов сплошности.

**Для цитирования:** Зыбин И.Н., Бузырева Д.А. Влияние геометрии инструмента на формирование сварного соединения при сварке трением с перемешиванием алюминиевого сплава АМг5 // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 43–52. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-4.

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из современных прогрессивных способов соединения металлов является сварка трением с перемешиванием (СТП). Сварка выполняется без расплавления соединяемых материалов, что означает отсутствие в соединении дефектов, характерных для дуговых способов сварки. Обеспечивается высокая прочность сварного соединения – до 90–95 % от прочности основного металла [1; 2], а полученные сварные соединения характеризуются минимальными деформациями.

Известно, что геометрия инструмента оказывает существенное влияние на процессы пластического деформирования и перемешивания металла, формирование структуры, процессы тепловыделения в зоне сварки и механические свойства сварного соединения [3–5]. Она также играет важную роль в формировании качественного сварного соединения без дефектов.

В настоящее время геометрия инструмента характеризуется широким разнообразием [6–8]. Инструмент состоит из двух основных элементов: пина и заплечика, оба участвуют в процессе перемешивания металла [3] и оказывают сильное влияние на течение металла в процессе сварки [9].

Пин инструмента в основном отвечает за достаточно сложную траекторию течения пластифицированного материала при сварке [10]. Геометрическая форма пина инструмента оказывает существенное влияние на процессы выделения теплоты в зоне соединения металлов, а количество теплоты, в свою очередь, влияет на структуру шва, ширину зоны термического влияния и качество сварного соединения. Кроме того, форма пина инструмента влияет на прочность сварного шва [11]. Пин в большинстве случаев имеет цилиндрическую или коническую поверхность. При использовании пина с конической поверхностью угол конуса, как правило, не превышает 20°, что связано со снижением прочности на растяжение и относительного удлинения при больших углах. На конической поверхности пина могут быть канавки, резьбы и другие элементы, обеспечивающие управление течением пластифицированного материала. Применение конического пина с резьбой обеспечивает лучшее перемешивание металла [12; 13]. Перемешивание металла несколько раз перед его осаждением способствует удалению пор и разрушению оксидов.

Установлено, что наличие резьбы на пине вызывает небольшое повышение температуры вблизи пина и усиливает



течение металла и его перемешивание [14]. Диаметр пина, как правило, соизмерим с толщиной соединяемых образцов, а его длина меньше толщины металла на десятые доли миллиметра. Конец пина обычно выполняют плоским или сферической формы. Первый легче изготовить, тогда как второй обеспечивает меньший износ инструмента.

Форма заплечика инструмента может быть плоской, вогнутой и выпуклой. Торцевая поверхность заплечика может быть гладкой или с нанесенными насечками, канавками и другими элементами. Наличие различных выступов на поверхности заплечика инструмента, например спиральной канавки, способствует лучшему перемешиванию металла. Заплечик инструмента наряду с пином обеспечивает необходимое тепловыделение в зоне его трения со свариваемыми деталями. Кроме того, он обеспечивает уплотнение металла и его проковку в процессе сварки.

При выборе размеров инструмента важен выбор отношения диаметра заплечика к диаметру пина инструмента. Это отношение играет важную роль в выделении тепла, а также перемешивании металла при сварке. Согласно работам [15; 16] это отношение рекомендуется выбирать около 3:1. В этом случае обеспечивается лучшее измельчение зерна и высокая прочность соединения.

В работе [17] на примере сварных соединений из алюминиевого сплава АМг5 показано, что направление проката влияет на прочностные характеристики получаемого сварного соединения. Необходимо это учитывать при получении сварных соединений СТП.

Одним из важных параметров сварки является производительность процесса, повысить которую позволяет увеличение скорости сварки. Однако не всегда возможно увеличить скорость сварки и при этом обеспечить сварное соединение без дефектов сплошности в зоне соединения. Поэтому необходимо знать, позволяет ли усложнение геометрии инструмента расширить диапазон параметров режима сварки, при котором обеспечивается получение сварного соединения без дефектов сплошности, и можно ли при этом увеличить скорость сварки. Отметим, что при СТП скорость сварки и частота вращения инструмента

взаимосвязаны. При увеличении скорости сварки, как правило, следует корректировать и частоту вращения инструмента. Эти параметры напрямую влияют на процессы тепловыделения в зоне соединения металлов. Недостаточное или чрезмерное выделение тепла в зоне сварки может приводить к появлению дефектов.

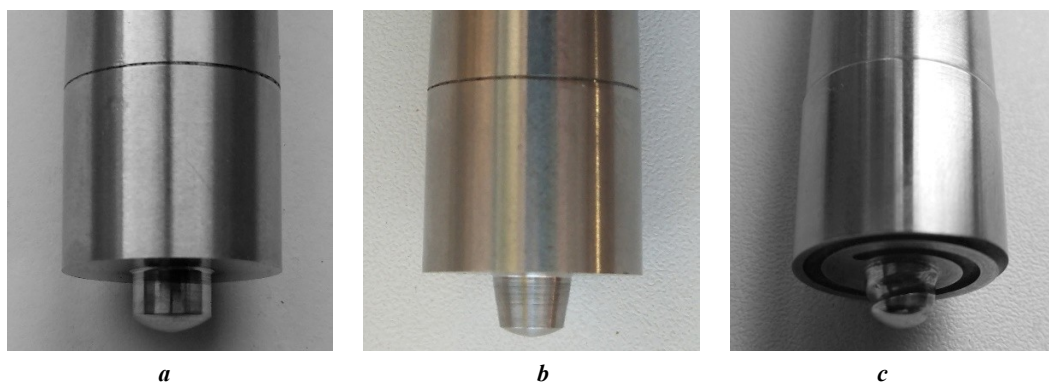
В литературе имеется значительное количество работ, посвященных изучению влияния геометрии инструмента на получение сварного соединения из алюминиевого сплава АМг5. В большинстве случаев для этого материала рассматриваются незначительные изменения параметров процесса (как правило, частоты вращения инструмента и скорости сварки). Глубина внедрения инструмента в образец часто принимается постоянной величиной, хотя она оказывает существенное влияние на процесс формирования сварного соединения. Поэтому вызывает интерес исследование влияния различных форм геометрии инструмента на параметры режима сварки при разной глубине внедрения инструмента в образец.

Цель работы – исследовать влияние геометрии инструмента на параметры режима сварки, обеспечивающие отсутствие дефектов сплошности в зоне соединения металлов, и на прочность сварного соединения при статическом растяжении.

#### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для проведения экспериментальных исследований по СТП использовались листы из алюминиевого сплава АМг5 толщиной 5 мм, сварка выполнялась встык. Геометрические параметры инструмента: диаметр пина у основания 6,5 мм, диаметр заплечика 18,5 мм, длина пина 4,75 мм. Торцевая поверхность пина закруглена. Угол конуса поверхности пина составлял 20°. Инструмент был изготовлен из легированной стали 4Х5МФ1С (ГОСТ 5950-2000) и закален при температуре 1020 °С, а затем подвергнут отпуску при температуре 500 °С. Твердость рабочей поверхности инструмента составила 53...57 HRC.

При проведении исследования применялись три вида инструмента (рис. 1).



**Рис. 1.** Геометрические формы инструмента для СТП:

*a* – инструмент с цилиндрической формой пина; *b* – инструмент с конической формой пина; *c* – инструмент с конической формой пина с резьбой и канавкой на торцевой поверхности заплечика

**Fig. 1.** Geometry of a tool for friction stir welding:

*a* – tool with a cylindrical shape of the pin; *b* – tool with a conical shape of the pin; *c* – tool with a conical shape of the pin with a thread and a groove on the end surface of the tool shoulder



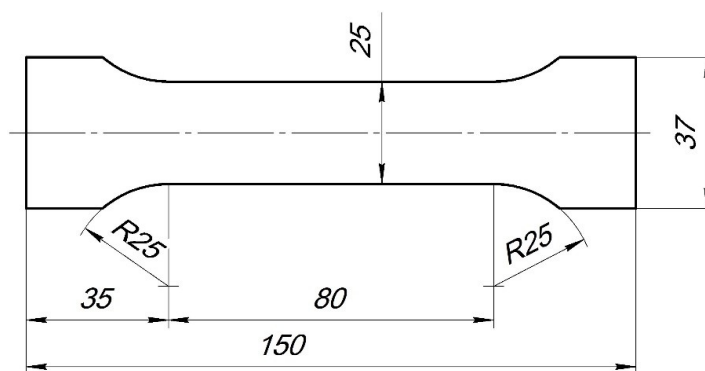
Сварка выполнялась на вертикально-фрезерном станке FSS-400R (Беларусь), у которого шпиндель имеет возможность разворота относительно вертикальной оси на угол  $\pm 45^\circ$ . Угол наклона инструмента к вертикали был постоянным и составлял  $2^\circ$ . Частота вращения и скорость сварки менялись дискретно. Сварка образцов выполнялась на подложке в виде листа из стали 20 толщиной 10 мм. Направление проката для всех образцов было одинаковым и выбрано перпендикулярным сварному шву. Кромки соединяемых поверхностей перед сваркой фрезеровались и обезжиривались ацетоном. Параметры режимов сварки (таблица 1) рассматривались в широком диапазоне и под-

бирались с учетом возможностей применяемого оборудования при разных значениях внедрения заплечика инструмента в образец. Глубина внедрения заплечика в образец находилась в диапазоне 0,05...0,4 мм.

Испытания на статическое растяжение сварных образцов проводились на разрывной испытательной универсальной машине ИР 5092-100 (Россия). Размеры образцов представлены на рис. 2. Для проведения испытаний в одном и том же режиме было подготовлено не менее 3 образцов. На рис. 3 показаны примеры образцов для проведения испытаний на статическое растяжение.

**Таблица 1.** Значения параметров режимов сварки алюминиевого сплава АМг5  
**Table 1.** Values of welding mode parameters for AA5083 aluminum alloy

Частота вращения инструмента, об/мин	Скорость сварки, мм/мин	Угол наклона инструмента к вертикали, °	Глубина внедрения заплечика инструмента в образец, мм
450–1400	31,5–120,0	2	0,05–0,40



**Рис. 2.** Геометрические размеры образца для испытаний на статическое растяжение  
**Fig. 2.** Geometrical dimensions of the specimen for static tensile tests



**Рис. 3.** Образцы для проведения испытаний на статическое растяжение  
**Fig. 3.** Specimens for static tensile tests

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

После проведения экспериментальных исследований в выбранном диапазоне параметров режима сварки был рассмотрен внешний вид сварных соединений и выполнены макрошлифы поперечных сечений сваренных образцов для выявления возможных дефектов сплошности.

Анализ макрошлифов показал, что при сварке образцов инструментами с цилиндрической и конической поверхностями пина (рис. 1 а, 1 б) сварное соединение без дефектов сплошности было получено при следующих режимах сварки: частота вращения инструмента 450–560 об/мин, скорость сварки 31,5–50 мм/мин, глубина внедрения заплечика инструмента в образец 0,05–0,4 мм. Отметим, что при частоте вращения инструмента 710 об/мин, скорости сварки 50 мм/мин и глубине внедрения заплечика инструмента в деталь от 0,1...0,15 до 0,4 мм также были получены сварные соединения без дефектов в зоне соединения. При глубине внедрения заплечика в деталь до 0,1...0,15 мм в корне сварного шва, как правило, наблюдался непровар. При глубине более 0,4 мм на периферии сварного соединения наблюдался значительный грат вследствие выдавливания большого объема металла в эту зону. Примеры внешнего вида и макрошлифов сварных соединений, полученных инструментами с цилиндрической и конической

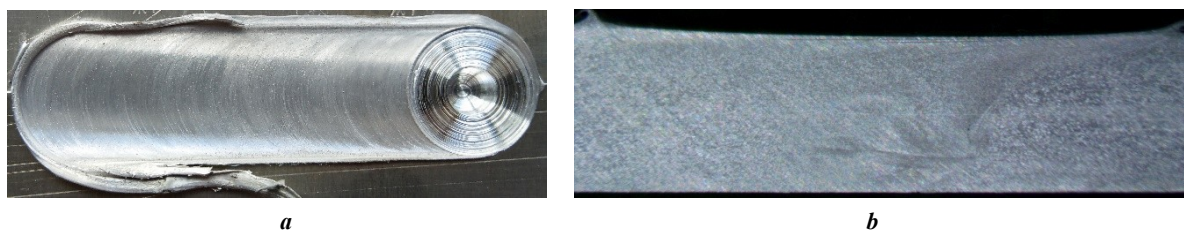
поверхностями пина на разных режимах сварки, показаны на рис. 4, 5.

Анализ макрошлифов, полученных при сварке образцов инструментом с конической поверхностью пина (рис. 1 с), который имеет резьбу на наружной поверхности и спиральную канавку на торцевой поверхности заплечика, показал, что сварное соединение без дефектов сплошности было получено при следующих режимах сварки: частота вращения инструмента 450–1120 об/мин, скорость сварки 31,5–125 мм/мин. Примеры внешнего вида и макрошлифов сварных соединений, полученных на разных режимах сварки, показаны на рис. 6, 7.

Значения диапазонов параметров режима (частоты вращения инструмента и скорости сварки) для всех рассмотренных инструментов представлены на рис. 8.

Вне зон 1 и 2, указанных на рис. 8, сварное соединение без дефектов сплошности получить не удалось. Виды основных дефектов сварных соединений, полученных при СТП, представлены на рис. 9.

При использовании инструментов с гладкой поверхностью пина (рис. 1 а, 1 б) на макрошлифах поперечных сечений сварных соединений луковичная структура отсутствовала (рис. 4 б, 5 б). При применении инструмента с резьбой на наружной поверхности пина (рис. 1 с) на макрошлифах была видна луковичная структура (рис. 6 б, 7 б).

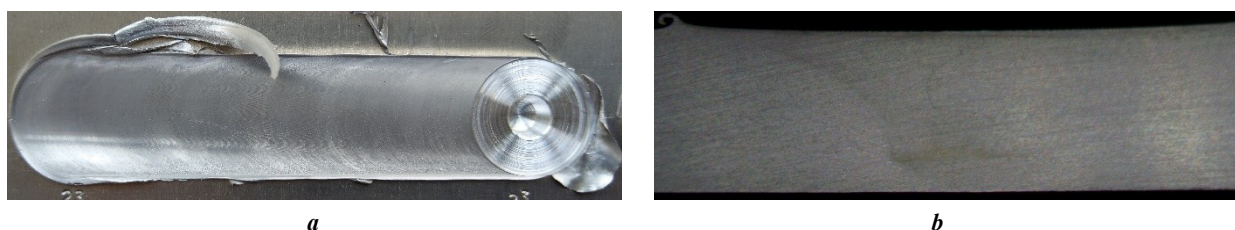


**Рис. 4.** Внешний вид (а) и макрошлиф (б) поперечного сечения сварного соединения, полученного инструментом с цилиндрической формой пина (рис. 1 а).

Параметры режимов сварки: частота вращения инструмента 560 об/мин, скорость сварки 50 мм/мин, глубина внедрения заплечика инструмента в образец 0,07 мм

**Fig. 4.** Appearance (a) and macrosection (b) of the cross section of the welded joint produced by a tool with a cylindrical pin shape (Fig. 1 a).

Welding mode parameters: tool rotation frequency is 560 rpm, welding speed is 50 mm/min, and the depth of tool shoulder penetration into the sample is 0.07 mm

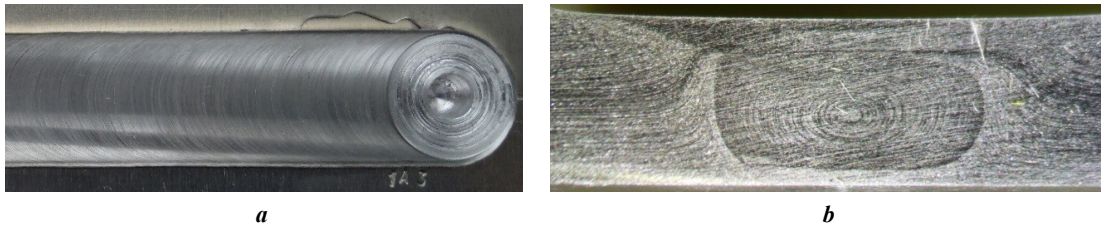


**Рис. 5.** Внешний вид (а) и макрошлиф (б) поперечного сечения сварного соединения, полученного инструментом с конической формой пина (рис. 1 б).

Параметры режимов сварки: частота вращения инструмента 450 об/мин, скорость сварки 31,5 мм/мин, глубина внедрения заплечика инструмента в образец 0,05 мм

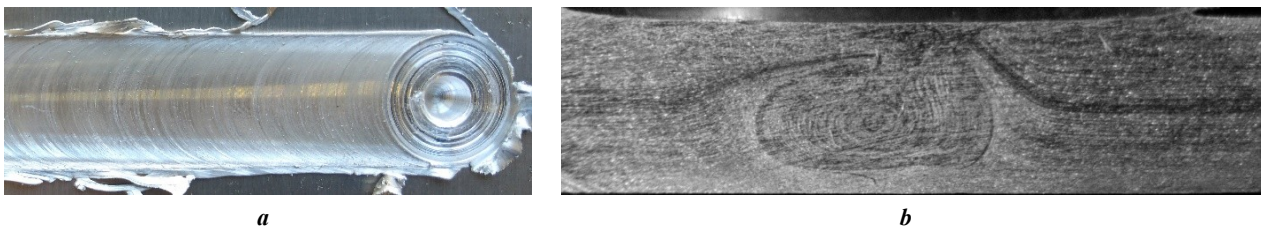
**Fig. 5.** Appearance (a) and macrosection (b) of the cross section of the welded joint produced by a tool with a conical pin shape (Fig. 1 b).

Welding mode parameters: tool rotation frequency is 450 rpm, welding speed is 31.5 mm/min, and the depth of tool shoulder penetration into the sample is 0.05 mm



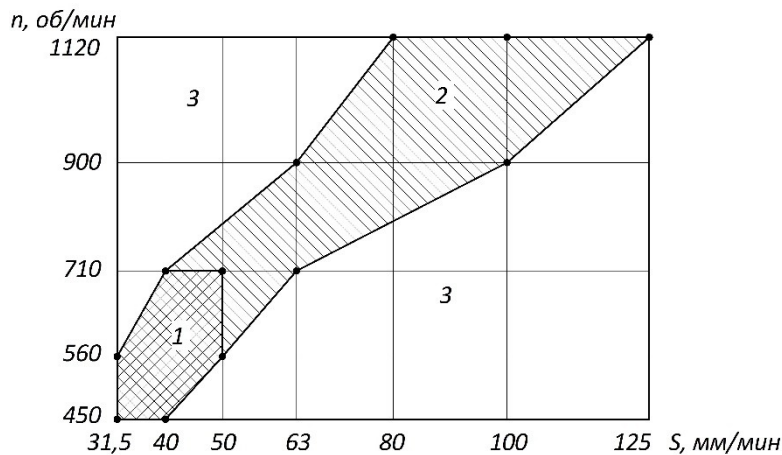
**Рис. 6.** Внешний вид (а) и макрошлиф (b) поперечного сечения сварного соединения, полученного инструментом с конической формой пина с резьбой и спиральной канавкой на торцевой поверхности заплечика инструмента (рис. 1 с).  
 Параметры режимов сварки: частота вращения инструмента 710 об/мин, скорость сварки 50 мм/мин, глубина внедрения заплечика инструмента в образец 0,06 мм

**Fig. 6.** Appearance (a) and macrosection (b) of the cross section of the welded joint produced by a tool with a conical pin shape with a thread and a spiral groove on the end surface of the tool shoulder (Fig. 1 c).  
 Welding mode parameters: tool rotation frequency is 710 rpm, welding speed is 50 mm/min, and the depth of tool shoulder penetration into the sample is 0.06 mm



**Рис. 7.** Внешний вид (а) и макрошлиф (b) поперечного сечения сварного соединения, полученного инструментом с конической формой пина с резьбой и спиральной канавкой на торцевой поверхности заплечика инструмента (рис. 1 с).  
 Параметры режимов сварки: частота вращения инструмента 1120 об/мин, скорость сварки 125 мм/мин, глубина внедрения заплечика инструмента в образец 0,07 мм

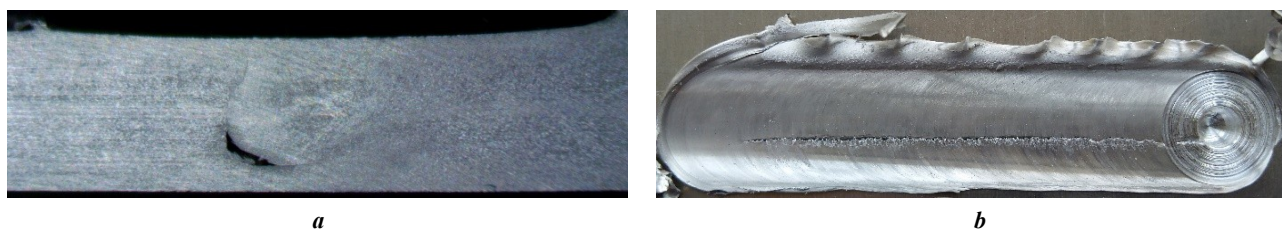
**Fig. 7.** Appearance (a) and macrosection (b) of the cross section of the welded joint produced by a tool with a conical pin shape with a thread and a spiral groove on the end surface of the tool shoulder (Fig. 1 c).  
 Welding mode parameters: tool rotation frequency is 1120 rpm, welding speed is 125 mm/min, and the depth of tool shoulder penetration into the sample is 0.07 mm



**Рис. 8.** Частота вращения (n) и скорость сварки (s) при получении стыковых соединений СТП:  
 1 – зона отсутствия дефектов сплошности (цилиндрическая и коническая форма пина инструмента без резьбы);  
 2 – зона отсутствия дефектов сплошности (коническая форма пина с резьбой и спиральной канавкой на торцевой поверхности заплечика инструмента), включающая в себя зону 1;  
 3 – зона наличия дефектов сплошности (для всех типов инструментов)

**Fig. 8.** Rotation frequency (n) and welding speed (s) when producing butt joints by friction stir welding:  
 1 – zone without continuity defects (cylindrical and conical shapes of the tool pin without a thread);  
 2 – zone without continuity defects (conical shape of the pin with a thread and a spiral groove on the end surface of the tool shoulder), including zone 1;  
 3 – zone with continuity defects (for all tool types)





**Рис. 9.** Основные виды дефектов сварных соединений, полученных при СТП:  
**a** – непровар в корне сварного шва; **b** – неславление  
**Fig. 9.** Main types of defects of welded joints produced by friction stir welding:  
**a** – faulty root fusion; **b** – lack of fusion

**Таблица 2.** Параметры режимов сварки и пределы прочности сварных соединений, при которых обеспечивалось получение сварного соединения без дефектов сплошности  
**Table 2.** Welding mode parameters and ultimate stress limits of welded joints, which ensured the production of a welded joint without continuity defects

Параметры режимов сварки			Диапазон предела прочности, (среднее значение), МПа
Частота вращения инструмента, об/мин	Скорость сварки, мм/мин	Глубина внедрения заплечика инструмента в образец, мм	
<b>Инструмент с цилиндрической формой пина (рис. 1 а)</b>			
450–560	31,5–50,0	0,05–0,40	304,3–318,8 (310,4)
710	50,0	(>0,10...0,15)–0,40	
<b>Инструмент с конической формой пина (рис. 1 б)</b>			
450–560	31,5–50,0	0,05–0,40	308,5–313,6 (311,5)
710	50,0	(>0,10...0,15)–0,40	
<b>Инструмент с конической формой пина с резьбой и канавкой на торцевой поверхности заплечика (рис. 1 с)</b>			
450–1120	31,5–125,0	0,05–0,40	306,0–313,4 (309,7)

При проведении испытаний на статическое растяжение сварных образцов без дефектов сплошности, полученных с применением разной формы инструмента, были получены значения предела прочности, представленные в таблице 2. В таблице представлены значения предела прочности с указанием диапазонов режимов сварки.

Прочность основного металла на статическое растяжение согласно экспериментальным данным составила 327,1 МПа (среднее значение). Направление проката в этих образцах совпадало с направлением растягивающего усилия при испытаниях на статическое растяжение.

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Анализ результатов показал, что в случае всех рассмотренных форм рабочей поверхности инструмента были получены сварные соединения без дефектов сплошности.

Информация об изменении диапазонов параметров режима сварки (частоты вращения инструмента и скорости сварки) для получения бездефектных сварных соединений с указанием значений этих па-

раметров при применении инструмента без резьбы на пине, а также с резьбой на пине и спиральной канавкой на торце заплечика инструмента в работах других авторов отсутствует.

Установлено, что для цилиндрической и конической форм пина совпадают диапазоны частоты вращения и скорости сварки, при которых обеспечивается получение сварного соединения без дефектов сплошности. Влияния замены цилиндрической формы пина на коническую на параметры режимов сварки для получения бездефектных сварных соединений в настоящей работе выявлено не было.

Резьба на наружной поверхности пина и спиральная канавка на торцевой поверхности заплечика инструмента (рис. 1 с) значительно улучшают условия формирования сварного соединения, что позволило получить сварные соединения без дефектов сплошности в более широком диапазоне параметров режима сварки (частоты вращения и скорости сварки) по сравнению с инструментом с более простой геометрией (рис. 1 а, 1 б). Благодаря увеличению скорости сварки можно увеличить производительность процесса.

Непровар в корне шва (рис. 9 а), как правило, характерен для небольшого числа оборотов и большой скорости сварки, что приводит к недостаточному перемешиванию и пластификации металла и подводу тепла в зону сварки. Несплавление (рис. 9 б) часто наблюдалось при большом числе оборотов и различной скорости сварки, что, вероятно, обусловлено чрезмерным тепловыделением в зоне соединения металлов.

Наличие луковичной структуры в сварных соединениях, полученных инструментом с пином, имеющим резьбу на наружной поверхности, и со спиральной канавкой на торцевой поверхности заплечика объясняется тем, что слои металла выдавливаются по резьбовой канавке пина при каждом обороте инструмента. Форма луковичных колец, обусловленная различным распределением размеров зерен по спирали [18], характерна при применении инструмента с пином, имеющим резьбу на поверхности, для получения сварных соединений из алюминиевых сплавов, в том числе из сплава АМг5 [19]. При применении инструмента с гладкой наружной поверхностью пина металл перемешивается в зоне сварки постоянно и монотонно, а не прерывисто. Наличие луковичной структуры характеризует лучшие условия формирования сварного шва, что позволяет использовать более высокие скорости сварки для получения сварных соединений без дефектов сплошности.

Резьба на поверхности пина способствует большему измельчению зерна в зоне сварного соединения. Согласно уравнению Холла – Петча уменьшение размера зерна приводит к повышению прочности на разрыв [20]. Проведенные в работе экспериментальные исследования показали, что максимальные значения предела прочности, полученные для всех рассмотренных форм геометрии инструмента, близки между собой и составляют около 95 % от прочности основного металла, т. е. геометрия инструмента не повлияла на максимальные значения предела прочности.

Установлено, что при использовании цилиндрической формы пина и глубине внедрения заплечика инструмента в образец, не превышающей 0,1...0,15 мм, максимальное значение предела прочности достигало 213,6 МПа (65 % от прочности основного металла). Для конической формы пина при той же глубине внедрения заплечика максимальное значение предела прочности достигало 295,7 МПа (90 % от прочности основного металла). В работе [21] при получении сварных соединений из алюминиевых сплавов, включая алюминиевый сплав АМг5М толщиной 0,8...3 мм, инструментом с коническим пином без резьбы рекомендовано внедрять заплечик инструмента в образец на глубину 0,1...0,15 мм, поскольку при других значениях глубины в сварном шве образуются дефекты. В нашем случае при использовании пина с резьбой на наружной поверхности и спиральной канавкой на торцевой поверхности заплечика максимальные значения предела прочности не зависели от глубины внедрения заплечика инструмента в образец. Отметим, что при глубине внедрения заплечика, не превышающей 0,1...0,15 мм, последующая механическая обработка сварного соединения для удаления грата, как правило, не требуется.

Вышесказанное свидетельствует о том, что при небольших глубинах внедрения заплечика инструмента в образец особое влияние на процессы перемешивания

металлов в зоне сварки оказывает его геометрия. Известно, что заплечик инструмента отвечает за перемешивание металла в верхней трети толщины образца, и это перемешивание усиливается при наличии спиральной канавки [9]. Наличие такой канавки способствует улучшению перемешивания благодаря вовлечению большего объема металла в процесс пластического деформирования и перемешивания, большей площади поверхности контакта инструмента с металлом, что приводит к более высокой температуре в зоне соединения и более низкой вязкости металла. Применение заплечика инструмента со спиральной канавкой на торцевой поверхности совместно с пином, имеющим резьбу, способствует достижению более высокого предела прочности на растяжение по сравнению с плоской формой заплечика при внедрении в образец на глубину не более 0,10...0,15 мм.

Исследования, направленные на анализ глубины внедрения инструмента в образец, при которой обеспечивается максимальная прочность сварного соединения, для случаев рассмотренных в работе геометрии инструмента и алюминиевого сплава АМг5 ранее не проводились. Полученные результаты важны с точки зрения выполнения сварки при минимальных величинах внедрения заплечика инструмента в образец. В этом случае отсутствует необходимость в последующей механической обработке сварного шва для удаления грата, что уменьшает себестоимость изготовления сварных изделий.

Экспериментальные исследования показали, что цилиндрическим инструментом без резьбы на пине можно получить прочность сварного соединения на том же уровне, что и инструментом, имеющим резьбу на пине и канавку на торцевой поверхности заплечика.

В работе [22] при анализе влияния параметров режима сварки алюминиевого сплава АМг5М на дефектность структуры сварного соединения отмечена важность коэффициента тепловложения, определяемого как отношение скорости сварки к частоте вращения инструмента, и характеризующего тепло, вводимое в зону сварки. В работе [23] бездефектные сварные соединения из алюминиевого сплава АМг5 были получены при данном отношении в диапазоне 0,05...0,26 мм/об. Автор [21] установил, что коэффициент тепловложения при формировании сварных соединений из алюминиевого сплава АМг5 без дефектов сплошности соответствовал диапазону 0,058...0,187 мм/об. Анализ результатов экспериментальных исследований, проведенных в настоящей работе, показал, что коэффициент тепловложения в зонах 1 и 2 (рис. 8) соответствует значениям, входящим в диапазон 0,056...0,110, что согласуется с данными [21; 23].

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Изменение формы рабочей поверхности пина инструмента с цилиндрической на коническую не оказало влияния на выбор диапазона параметров режима сварки, обеспечивавшего отсутствие дефектов сплошности, а также на предел прочности на статическое растяжение.

Наличие резьбы на рабочей поверхности пина инструмента и спиральной канавки на торцевой поверхности заплечика приводит к образованию сварного соединения без дефектов сплошности в более широком



диапазоне параметров режима по сравнению с инструментами без вышеуказанных элементов.

Максимальные значения предела прочности для соединений, полученных с помощью цилиндрического и конического пинов без резьбы, обеспечиваются при внедрении заплечика в образец на глубину более 0,1...0,15 мм, а для конического пина с резьбой – от 0,05 мм.

При всех рассмотренных формах геометрии инструмента максимальные значения предела прочности на статическое растяжение достигали 95 % прочности основного металла.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Arbegast W.J. Friction stir welding after a decade of development // *Welding Journal*. 2006. Vol. 85. № 3. P. 28–35.
- Okamura H., Aota K., Ezumi M. Friction stir welding of aluminum alloy and application to structure // *Journal of Japan Institute of Light Metals*. 2000. Vol. 50. № 4. P. 166–172. DOI: [10.2464/jilm.50.166](https://doi.org/10.2464/jilm.50.166).
- Manigandan K., Senthikumar S. Review of friction stir welding tools // *Journal of Advanced Engineering Research*. 2018. Vol. 5. № 1. P. 41–51.
- Chandrashekar A., Ajay Kumar B.S., Reddappa H.N. Friction stir welding: tool Material and geometry // *AKGEK International Journal of Technology*. 2015. Vol. 6. № 1. P. 16–20.
- Yang Min, Bao Rui-jun, Liu Xiu-zhong, Song Chao-qun. Thermo-mechanical interaction between aluminum alloy and tools with different profiles during friction stir welding // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2019. Vol. 29. № 3. P. 495–506. DOI: [10.1016/S1003-6326\(19\)64958-7](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)64958-7).
- Kumar P.M., Anbumalar V., Ramesh Babu K.R. A review on progress of different types of friction stir welding tool geometry design // *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*. 2014. Vol. 16. № 8. P. 364–371.
- Ratković N., Jovanović Pešić Ž., Arsić D., Pešić M., Džunić D. Tool geometry effect on material flow and mixture in FSW // *Advanced Technologies & Materials*. 2022. Vol. 47. № 2. P. 33–36. DOI: [10.24867/ATM-2022-2-006](https://doi.org/10.24867/ATM-2022-2-006).
- Zhang Y.N., Cao X., Larose S., Wanjara P. Review of tools for friction stir welding and Processing // *Canadian Metallurgical Quarterly*. 2012. Vol. 51. № 3. P. 250–261. DOI: [10.1179/1879139512Y.0000000015](https://doi.org/10.1179/1879139512Y.0000000015).
- Ambrosio D., Morisada Y., Ushioda Y., Fujii H. Material flow in friction stir welding: A review // *Journal of Materials Processing Technology*. 2023. Vol. 320. Article number 118116. DOI: [10.1016/j.jmatprot.2023.118116](https://doi.org/10.1016/j.jmatprot.2023.118116).
- Kumar R., Pancholi V. Three-dimensional material flow during friction stir welding of AA5083 // *Journal of Manufacturing Processes*. 2021. Vol. 68-A. P. 1214–1223. DOI: [10.1016/j.jmapro.2021.06.051](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.06.051).
- Mohanty H.K., Mahapatra M.M., Kumar P., Biswas P., Mandal N.R. Effect of tool shoulder and pin probe profiles on friction stirred aluminum welds – a comparative study // *Journal of Marine Science and Application*. 2012. Vol. 11. P. 200–207. DOI: [10.1007/s11804-012-1123-4](https://doi.org/10.1007/s11804-012-1123-4).
- Meshram S., Madhusudhan Reddy G., Venugopal Rao V. Role of threaded tool pin profile and rotational speed on generation of defect free friction stir AA 2014 aluminum alloy welds // *Defence Science Journal*. 2016. Vol. 66. № 1. P. 57–63. DOI: [10.14429/dsj.66.8566](https://doi.org/10.14429/dsj.66.8566).
- Hassan Kh.A.A., Prangnell P.B., Norman A.F., Price D.A., Williams S.W. Effect of welding parameters on nugget zone microstructure and properties in high strength aluminium alloy friction stir welds // *Science and Technology of Welding and Joining*. 2003. Vol. 8. № 4. P. 257–268. DOI: [10.1179/136217103225005480](https://doi.org/10.1179/136217103225005480).
- Jiang Tao, Wu Chuan Song, Shi Lei. Effects of tool pin thread on temperature field and material mixing in friction stir welding of dissimilar Al/Mg alloys // *Journal of Manufacturing Processes*. 2022. Vol. 74. P. 112–122. DOI: [10.1016/j.jmapro.2021.12.008](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.12.008).
- Vijayavel P., Balasubramanian V., Sundaram S. Effect of shoulder diameter to pin diameter (D/d) ratio on tensile strength and ductility of friction stir processed LM25AA-5% SiCp metal matrix composites // *Materials and Design*. 2014. Vol. 57. P. 1–9. DOI: [10.1016/j.matdes.2013.12.008](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.008).
- Vijayavel P., Sundararajan T., Rajkumar I., Ananthakumar K. Effect of tool diameter ratio of tapered cylindrical profile pin on wear characteristics of friction stir processing of Al–Si alloy reinforced with SiC ceramic particles // *Metal Powder Report*. 2021. Vol. 76. № 2. P. 75–89. DOI: [10.1016/j.mprp.2020.04.005](https://doi.org/10.1016/j.mprp.2020.04.005).
- Гусарова А.В., Рубцов В.Е., Колубаев Е.А., Бакшаев В.А., Никитин Ю.В. Влияние направления проката АМг5 на микроструктуру и свойства сварных соединений, полученных сваркой трением с перемешиванием // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2020. Т. 22. № 4. С. 124–136. DOI: [10.17212/1994-6309-2020-22.4-124-136](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2020-22.4-124-136).
- Alemdar A.S.A., Jalal S.R., Mulapeer M.M. Effect of exfoliation corrosion on the efficient hybrid joint of AA2024-T3 and AA2198-T8 formed by friction stir welding // *Heliyon*. 2023. Vol. 9. № 6. Article number e16577. DOI: [10.1016/j.heliyon.2023.e16577](https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16577).
- Сизова О.В., Колубаев А.В., Колубаев Е.А., Заикина А.А., Рубцов В.Е. Разрушение стыковых соединений алюминий-магниевого сплава, выполненных способом сварки трением с перемешиванием // *Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты)*. 2014. № 3. С. 14–20. EDN: [SKXOBD](https://www.edn.ru/SKXOBD).
- Dawood H.I., Mohammed K.S., Rahmat A., Uday M.B. Effect of small tool pin profiles on microstructures and mechanical properties of 6061 aluminum alloy by friction stir welding // *Transactions of Nonferrous Metal Society of China*. 2015. Vol. 25. № 9. P. 2856–2865. DOI: [10.1016/S1003-6326\(15\)63911-5](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(15)63911-5).
- Покляцкий А.Г. Параметры процесса сварки трением с перемешиванием тонколистных алюминиевых сплавов // *Вестник Полоцкого государственного университета*. Серия В: Промышленность. Прикладные науки. 2015. № 11. С. 53–58. EDN: [УОНВАН](https://www.edn.ru/УОНВАН).
- Сизова О.В., Колубаев А.В., Колубаев Е.А., Заикина А.А., Рубцов В.Е. Влияние основных параметров процесса сварки трением с перемешиванием на дефектность структуры сварного соединения // *Обработка металлов (технология, оборудование, инст-*

- рументы). 2017. № 4. С. 19–29. DOI: [10.17212/1994-6309-2017-4-19-29](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2017-4-19-29).
23. Овчинников В.В., Дриц А.М. Технологические особенности сварки трением с перемешиванием соединений из алюминиевых сплавов системы Al–Mg // Научно-технические технологии в машиностроении. 2019. № 3. С. 7–20. DOI: [10.30987/article\\_5c7434ed5317f2.05345899](https://doi.org/10.30987/article_5c7434ed5317f2.05345899).
- ## REFERENCES
1. Arbegast W.J. Friction stir welding after a decade of development. *Welding Journal*, 2006, vol. 85, no. 3, pp. 28–35.
  2. Okamura H., Aota K., Ezumi M. Friction stir welding of aluminum alloy and application to structure. *Journal of Japan Institute of Light Metals*, 2000, vol. 50, no. 4, pp. 166–172. DOI: [10.2464/jilm.50.166](https://doi.org/10.2464/jilm.50.166).
  3. Manigandan K., Senthilkumar S. Review of friction stir welding tools. *Journal of Advanced Engineering Research*, 2018, vol. 5, no. 1, pp. 41–51.
  4. Chandrashekar A., Ajay Kumar B.S., Reddappa H.N. Friction stir welding: tool Material and geometry. *AKGEK International Journal of Technology*, 2015, vol. 6, no. 1, pp. 16–20.
  5. Yang Min, Bao Rui-jun, Liu Xiu-zhong, Song Chao-qun. Thermo-mechanical interaction between aluminum alloy and tools with different profiles during friction stir welding. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2019, vol. 29, no. 3, pp. 495–506. DOI: [10.1016/S1003-6326\(19\)64958-7](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)64958-7).
  6. Kumar P.M., Anbumalar V., Ramesh Babu K.R. A review on progress of different types of friction stir welding tool geometry design. *Australian Journal of Basic and Applied Sciences*, 2014, vol. 16, no. 8, pp. 364–371.
  7. Ratković N., Jovanović Pešić Ž., Arsić D., Pešić M., Džunić D. Tool geometry effect on material flow and mixture in FSW. *Advanced Technologies & Materials*, 2022, vol. 47, no. 2, pp. 33–36. DOI: [10.24867/ATM-2022-2-006](https://doi.org/10.24867/ATM-2022-2-006).
  8. Zhang Y.N., Cao X., Larose S., Wanjara P. Review of tools for friction stir welding and Processing. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 2012, vol. 51, no. 3, pp. 250–261. DOI: [10.1179/1879139512Y.0000000015](https://doi.org/10.1179/1879139512Y.0000000015).
  9. Ambrosio D., Morisada Y., Ushioda Y., Fujii H. Material flow in friction stir welding: A review. *Journal of Materials Processing Technology*, 2023, vol. 320, article number 118116. DOI: [10.1016/j.jmatprotec.2023.118116](https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2023.118116).
  10. Kumar R., Pancholi V. Three-dimensional material flow during friction stir welding of AA5083. *Journal of Manufacturing Processes*, 2021, vol. 68-A, pp. 1214–1223. DOI: [10.1016/j.jmapro.2021.06.051](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.06.051).
  11. Mohanty H.K., Mahapatra M.M., Kumar P., Biswas P., Mandal N.R. Effect of tool shoulder and pin probe profiles on friction stirred aluminum welds – a comparative study. *Journal of Marine Science and Application*, 2012, vol. 11, pp. 200–207. DOI: [10.1007/s11804-012-1123-4](https://doi.org/10.1007/s11804-012-1123-4).
  12. Meshram S., Madhusudhan Reddy G., Venugopal Rao V. Role of threaded tool pin profile and rotational speed on generation of defect free friction stir AA 2014 aluminum alloy welds. *Defence Science Journal*, 2016, vol. 66, no. 1, pp. 57–63. DOI: [10.14429/dsj.66.8566](https://doi.org/10.14429/dsj.66.8566).
  13. Hassan Kh.A.A., Prangnell P.B., Norman A.F., Price D.A., Williams S.W. Effect of welding parameters on nugget zone microstructure and properties in high strength aluminium alloy friction stir welds. *Science and Technology of Welding and Joining*, 2003, vol. 8, no. 4, pp. 257–268. DOI: [10.1179/136217103225005480](https://doi.org/10.1179/136217103225005480).
  14. Jiang Tao, Wu Chuan Song, Shi Lei. Effects of tool pin thread on temperature field and material mixing in friction stir welding of dissimilar Al/Mg alloys. *Journal of Manufacturing Processes*, 2022, vol. 74, pp. 112–122. DOI: [10.1016/j.jmapro.2021.12.008](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.12.008).
  15. Vijayavel P., Balasubramanian V., Sundaram S. Effect of shoulder diameter to pin diameter (D/d) ratio on tensile strength and ductility of friction stir processed LM25AA-5% SiCp metal matrix composites. *Materials and Design*, 2014, vol. 57, pp. 1–9. DOI: [10.1016/j.matdes.2013.12.008](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.12.008).
  16. Vijayavel P., Sundararajan T., Rajkumar I., Ananthakumar K. Effect of tool diameter ratio of tapered cylindrical profile pin on wear characteristics of friction stir processing of Al–Si alloy reinforced with SiC ceramic particles. *Metal Powder Report*, 2021, vol. 76, no. 2, pp. 75–89. DOI: [10.1016/j.mprp.2020.04.005](https://doi.org/10.1016/j.mprp.2020.04.005).
  17. Gusarova A.V., Rubtsov V.E., Kolubaev E.A., Bakshaev V.A., Nikitin Yu.V. The influence of the rolling direction of AA5056 on the microstructure and properties of weld joints obtained by friction stir welding. *Obrabotka metallov / Metal working and material science*, 2020, vol. 22, no. 4, pp. 124–136. DOI: [10.17212/1994-6309-2020-22.4-124-136](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2020-22.4-124-136).
  18. Alemdar A.S.A., Jalal S.R., Mulapeer M.M. Effect of exfoliation corrosion on the efficient hybrid joint of AA2024-T3 and AA2198-T8 formed by friction stir welding. *Heliyon*, 2023, vol. 9, no. 6, article number e16577. DOI: [10.1016/j.heliyon.2023.e16577](https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e16577).
  19. Sizova O.V., Kolubaev A.V., Kolubaev E.A., Zaikina A.A., Rubtsov V.E. Fracture of friction stir welded butt joints structure of aluminum-magnesium alloy. *Obrabotka metallov / Metal working and material science*, 2014, no. 3, pp. 14–20. EDN: [SKXOBD](https://www.edn.net/SKXOBD).
  20. Dawood H.I., Mohammed K.S., Rahmat A., Uday M.B. Effect of small tool pin profiles on microstructures and mechanical properties of 6061 aluminum alloy by friction stir welding. *Transactions of Nonferrous Metal Society of China*, 2015, vol. 25, no. 9, pp. 2856–2865. DOI: [10.1016/S1003-6326\(15\)63911-5](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(15)63911-5).
  21. Poklyatskiy A.G. Parameters of FSW process of thin sheet aluminium alloys. *Vestnik of Polotsk State University. Part B. Industry. Applied Sciences*, 2015, no. 11, pp. 53–58. EDN: [UOHBAH](https://www.edn.net/UOHBAH).
  22. Sizova O.V., Kolubaev A.V., Kolubaev E.A., Zaikina A.A., Rubtsov V.E. Effect of main parameters of the friction stir welding on structure imperfections of welded joint. *Obrabotka metallov / Metal working and material science*, 2017, no. 4, pp. 19–29. DOI: [10.17212/1994-6309-2017-4-19-29](https://doi.org/10.17212/1994-6309-2017-4-19-29).
  23. Ovchinnikov V.V., Drits A.M. Technological peculiarities of friction welding with Al–Mg aluminum alloys stir. *Science intensive technologies in mechanical*, 2019, no. 3, pp. 7–20. DOI: [10.30987/article\\_5c7434ed5317f2.05345899](https://doi.org/10.30987/article_5c7434ed5317f2.05345899).

## Influence of tool geometry on the formation of welded joint during friction stir welding of the AA5083 aluminum alloy

© 2024

**Igor N. Zybin**\*<sup>1</sup>, PhD (Engineering), Associate Professor,  
assistant professor of Chair “Technologies of Connection and Processing of Materials”

**Darya A. Buzyreva**, graduate student

*Kaluga Branch of Bauman Moscow State Technical University, Kaluga (Russia)*

\*E-mail: igor.zybin@bmstu.ru,  
igor.zybin@mail.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5738-4231>

Received 18.10.2023

Accepted 08.02.2024

**Abstract:** One of the important parameters influencing the formation of a weld during friction stir welding is the tool geometry, which affects the processes of heat generation and stirring of metals in their connection zone. These processes influence the formation of a high quality and strength welded joint without continuity defects. In this regard, it is relevant to analyze the influence of tool geometry on the welding mode parameters, at which the welded joint is formed without continuity defects, as well as on the welded joint strength under static tension. The work considers the influence of the cylindrical and conical shapes of the tool pin, as well as the conical shape of the pin with a thread on its outer surface and a spiral groove on the end surface of the tool shoulder on the welding mode parameters, at which the welded joint is formed without continuity defects. The study shows that changing the shape of the pin working surface from cylindrical to a conical one had no effect on the range of welding mode parameters, at which the welded joint is formed without continuity defects. It has been found that the presence of a thread on the pin outer surface and a groove on the end surface of a tool shoulder allows producing welded joints without continuity defects in a wider range of welding mode parameters compared to a simpler tool geometry. The macrostructure of the resulting welded joints was considered. It has been found that the studied tool geometry has almost no influence on the maximum strength values of welded joints produced by friction stir welding and reaches 95 % of the strength of the base metal.

**Keywords:** friction stir welding; AA5083; tool geometry; strength of the welded joint without continuity defects.

**For citation:** Zybin I.N., Buzyreva D.A. Influence of tool geometry on the formation of welded joint during friction stir welding of the AA5083 aluminum alloy. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 43–52. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-4.

## Исследование превращений переохлажденного аустенита при ступенчатой закалке стали 20Cr2Mn2SiNiMo

© 2024

*Майсурадзе Михаил Васильевич*<sup>1,3</sup>, кандидат технических наук, доцент, доцент кафедры «Термообработка и физика металлов»

*Куклина Александра Александровна*<sup>\*1,2,4</sup>, кандидат технических наук, доцент кафедры «Физика», заведующий научно-исследовательской и испытательной лабораторией геокриологии, физики грунтов и материалов, инженер лаборатории структурных методов анализа и свойств материалов и наноматериалов

*Назарова Вера Вячеславовна*<sup>1</sup>, аспирант кафедры «Термообработка и физика металлов»

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, Екатеринбург (Россия)

<sup>2</sup>Уральский государственный горный университет, Екатеринбург (Россия)

\*E-mail: kuklina@m.ursmu.ru,  
Kuklina.aleksandra@rambler.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2850-2988>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3779-3254>

Поступила в редакцию 26.06.2023

Принята к публикации 26.01.2024

**Аннотация:** В настоящее время ступенчатая закалка сталей в температурном интервале мартенситного превращения, в т. ч. quenching – partitioning, нашла широкое применение в автомобильной промышленности. Технология ступенчатой закалки успешно применяется для повышения комплекса свойств, к которым чаще всего относят временное сопротивление разрыву и относительное удлинение. Проведено dilatометрическое исследование превращений переохлажденного аустенита, протекающих в стали 20X2Г2СНМА, при реализации различных вариантов ступенчатой закалки с выдержкой в мартенситной области. Установлено, что после одноступенчатой закалки, одноступенчатой закалки с последующим отпуском, двухступенчатой закалки образуются первичный мартенсит, изотермический бейнит, вторичный мартенсит в различных количественных соотношениях. С помощью рентгеноструктурного фазового анализа определено количество остаточного аустенита при реализации ступенчатой закалки. Показано, что двухступенчатая закалка позволяет стабилизировать в структуре исследуемой стали при комнатной температуре до 14 % остаточного аустенита. Исследования выявили, что для стали 20X2Г2СНМА характерно уменьшение параметра кристаллической решетки остаточного аустенита при увеличении его содержания в структуре стали. Проведены испытания при одноосном растяжении и на ударный изгиб, определены значения механических свойств. Установлено, что при двухступенчатой закалке достигаются более высокие по сравнению с закалкой в масле и низкотемпературным отпуском показатели прочности и относительного удлинения при меньших значениях относительного сужения и ударной вязкости. Показано, что с точки зрения конструктивной надежности машиностроительных деталей ступенчатая закалка не является оптимальным режимом термической обработки исследуемой стали. Наилучшее сочетание прочности, пластичности и ударной вязкости достигается после закалки и низкотемпературного отпуска.

**Ключевые слова:** превращения переохлажденного аустенита; ступенчатая закалка; сталь 20X2Г2СНМА; 20Cr2Mn2SiNiMo; quenching – partitioning; изотермическая закалка; закалка и отпуск; остаточный аустенит; первичный мартенсит; изотермический бейнит; вторичный мартенсит.

**Благодарности:** Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-29-00106, [https://grant.rscf.ru/prjcard\\_int?22-29-00106](https://grant.rscf.ru/prjcard_int?22-29-00106).

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

**Для цитирования:** Майсурадзе М.В., Куклина А.А., Назарова В.В. Исследование превращений переохлажденного аустенита при ступенчатой закалке стали 20Cr2Mn2SiNiMo // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 53–65. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-5.

### ВВЕДЕНИЕ

Ступенчатая закалка сталей в температурном интервале мартенситного превращения нашла широкое применение в автомобильной промышленности. В частности, была разработана концепция quenching – partitioning, в основе которой лежит допущение о квазиравновесии  $\alpha$ -фазы мартенсита и  $\gamma$ -фазы аустенита при изотермической выдержке в интервале от начала до конца мартенситного превращения  $M_n \dots M_k$  [1]. В случае выполнения данного условия углерод из пересыщенной

$\alpha$ -фазы мартенсита диффундирует в окружающий не-превращенный аустенит, тем самым изменяя его химический состав. В результате при дальнейшем охлаждении до комнатной температуры не происходит каких-либо превращений, и обогащенный углеродом остаточный аустенит сохраняется в стабильном состоянии. Однако для осуществления такого сценария необходимо отсутствие конкурирующих процессов, приводящих к снижению количества остаточного аустенита и степени его обогащения углеродом (формирование бейнита и выделение частиц карбидной фазы).

Технология ступенчатой закалки quenching – partitioning в различных вариантах успешно применяется для повышения комплекса свойств, к которым чаще всего относят временное сопротивление разрыву и относительное удлинение [2; 3], как наиболее важные для производства методом глубокой вытяжки высокопрочных листовых деталей автомобилестроения. Для данной цели разрабатываются специальные марки Quenching–Partitioning-сталей (QP-сталей), легированных главным образом кремнием, марганцем и алюминием [4]. Ступенчатую закалку применяют и при производстве деталей машиностроения из конструкционных сталей [5]. При этом, как и в случае специально разрабатываемых QP-сталей, наблюдаются существенные отклонения практически получаемых результатов от теоретически предсказанных [6]. В частности, объемная доля остаточного аустенита в структуре сталей после ступенчатой закалки в подавляющем большинстве случаев оказывается меньше расчетной [7]. Это связано с тем, что исключить образование в структуре стали бейнита и карбидов при изотермической выдержке практически невозможно. Выделение карбидов и образование бейнита не может не сказаться на таких свойствах стали, как ударная вязкость и относительное сужение. Данные характеристики редко анализируются в опубликованных работах, несмотря на их практическую значимость применительно к машиностроительным сталям: ударная вязкость стали имеет определенную корреляцию с износостойкостью [8; 9], а относительное сужение – с пределом выносливости [10; 11].

Цель работы – изучение превращений, протекающих в высокопрочной машиностроительной стали 20Cr2Mn2SiNiMo при реализации ступенчатой закалки.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Химический состав исследуемой стали приведен в таблице 1.

Исследование превращений переохлажденного аустенита производилось при помощи дилатометра LINSEIS L78 R.I.T.A. Дилатометрические образцы имели диаметр 4 мм, длину 10 мм. Нагрев и выдержка при температуре аустенизации (900 °С, 20 мин) производились в вакууме, охлаждение образцов до температуры изотермической выдержки осуществлялось с заданной скоростью (20 °С/с) в потоке гелия. Схема режимов термической обработки (QP1 – одноступенчатая закалка; QP2 – двухступенчатая закалка; QPT – одноступенчатая закалка с отпуском) исследуемой стали при проведении дилатометрических исследований приведена на рис. 1.

Для количественной оценки микроструктуры, формирующейся в стали 20X2Г2СНМА при ступенчатой закалке, было использовано правило рычага применительно к дилатометрическим кривым [12; 13]. Темпера-

тура первой ступени закалки (280 °С) была определена согласно методике, используемой для QP-сталей [14; 15]. Согласно расчетам, при данной температуре приостановки охлаждения в структуре исследуемой стали должно стабилизироваться максимальное количество остаточного аустенита (до 25 %). Температура второй ступени выдержки (350 °С) была выбрана в районе температуры  $M_n$  исследуемой стали (345±5 °С).

Указанные режимы ступенчатой закалки были реализованы в ходе лабораторной термической обработки заготовок призматической формы размером 12×12×65 мм, из которых впоследствии были изготовлены образцы для механических испытаний на одноосное растяжение и ударный изгиб. Для термической обработки были использованы лабораторные камерные печи СНОЛ (аустенизация, отпуск) и шахтные тигельные печи СШОЛ (изотермическая выдержка) с расплавом соли (50 % KNO<sub>3</sub> + 50 % NaNO<sub>3</sub>). Охлаждение образцов до комнатной температуры осуществлялось в закалочном масле И20А. После ступенчатой закалки все образцы подвергались низкотемпературному отпуску при температуре 180 °С в течение 2 ч.

Механические свойства при одноосном растяжении определяли в соответствии с ГОСТ 1497 на установке Instron при комнатной температуре. Для анализа использовали цилиндрические образцы (тип III) с диаметром рабочей части 6 мм и длиной рабочей части 30 мм. Испытания на ударный изгиб производились при помощи маятникового копра по ГОСТ 9454 при комнатной температуре на стандартных образцах с V-образным концентратором напряжений (тип 11).

Рентгеноструктурный фазовый анализ проводился на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Advance в излучении Co–Ka в диапазоне углов отражения  $2\theta=45...130^\circ$  при напряжении  $U=35$  кВ, токе трубки  $I=40$  мА. Количественный рентгенофазовый анализ проводился по методу безэталонного полнопрофильного анализа Ритвельда с использованием программного пакета TOPAS® 4.2.

Исследование микроструктуры производили при помощи растрового электронного микроскопа Jeol JSM 6490.

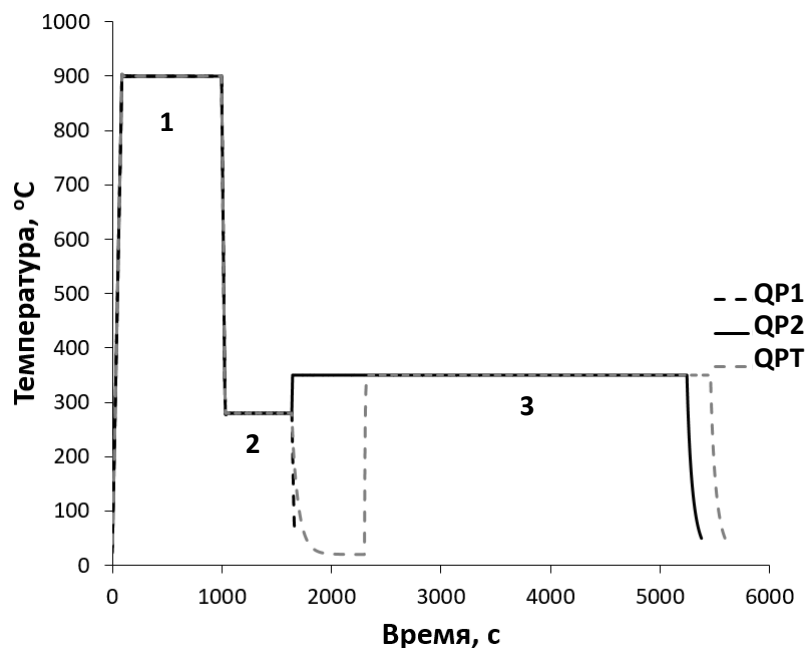
## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Дилатометрическое исследование превращений, протекающих в стали 20X2Г2СНМА в ходе реализации одноступенчатой закалки QP1, показало, что при охлаждении до температуры первой ступени (280 °С) формируется значительное количество первичного мартенсита М1. Температура начала образования первичного мартенсита в исследуемой стали – 345 °С (стрелка 1 на рис. 2 а).

Таблица 1. Химический состав стали 20Cr2Mn2SiNiMo  
Table 1. Chemical composition of 20Cr2Mn2SiNiMo steel

Химический элемент	C	Cr	Mn	Si	Ni	Mo	S	P
мас. %	0,220	1,960	2,020	0,960	1,090	0,310	0,002	0,010





**Рис. 1.** Схема реализованных режимов ступенчатой закалки стали 20X2Г2СНМА: QP1 – одноступенчатая закалка; QP2 – двухступенчатая закалка; QPT – одноступенчатая закалка с отпуском. 1 – аустенизация, 900 °С, 20 мин; 2 – первая ступень, 280 °С, 10 мин; 3 – вторая ступень, 350 °С, 60 мин

**Fig. 1.** Scheme of implemented modes of step quenching of 20Cr2Mn2SiNiMo steel: QP1 – single-stage quenching; QP2 – two-stage quenching; QPT – single-stage quenching with tempering. 1 – austenitisation, 900 °C, 20 min; 2 – first stage, 280 °C, 10 min; 3 – second stage, 350 °C, 60 min

Во время приостановки охлаждения и выдержки в течение 10 мин (стрелка 2 на рис. 2 а) размер образца продолжает увеличиваться, что свидетельствует о развитии изотермического бейнитного превращения (рис. 2 б). При окончательном охлаждении от температуры 280 °С наблюдается образование вторичного мартенсита М2 (стрелка 3 на рис. 2 а). Температура начала вторичного мартенситного превращения в случае одноступенчатой закалки составляет 215 °С.

В случае двухступенчатой закалки QP2 при охлаждении от температуры аустенизации до температуры первой ступени (280 °С) так же, как и в случае QP1, происходит образование первичного мартенсита М1 (температура начала превращения 345 °С, стрелка 1 на рис. 3 а), после чего формируется некоторое количество изотермического бейнита (стрелка 2 на рис. 3 а). После выдержки в течение 10 мин при температуре 280 °С производился нагрев образца до температуры 350 °С с целью увеличения скорости диффузии углерода. Однако, как показали дилатометрические исследования, при достижении температуры второй ступени в исследуемой стали продолжалось образование бейнита (рис. 3 б).

В случае одноступенчатой закалки со среднетемпературным отпуском QPT нагреву до температуры 350 °С подвергалась смесь первичного мартенсита М1 (стрелка 1 на рис. 4 а), изотермического бейнита, образовавшегося на первой ступени обработки при температуре 280 °С (стрелка 2 на рис. 4 а), и вторичного мартенсита М2, температура начала образования которого составляет 215 °С (стрелка 3 на рис. 4 а). В процессе выдержки при температуре 350 °С каких-либо измене-

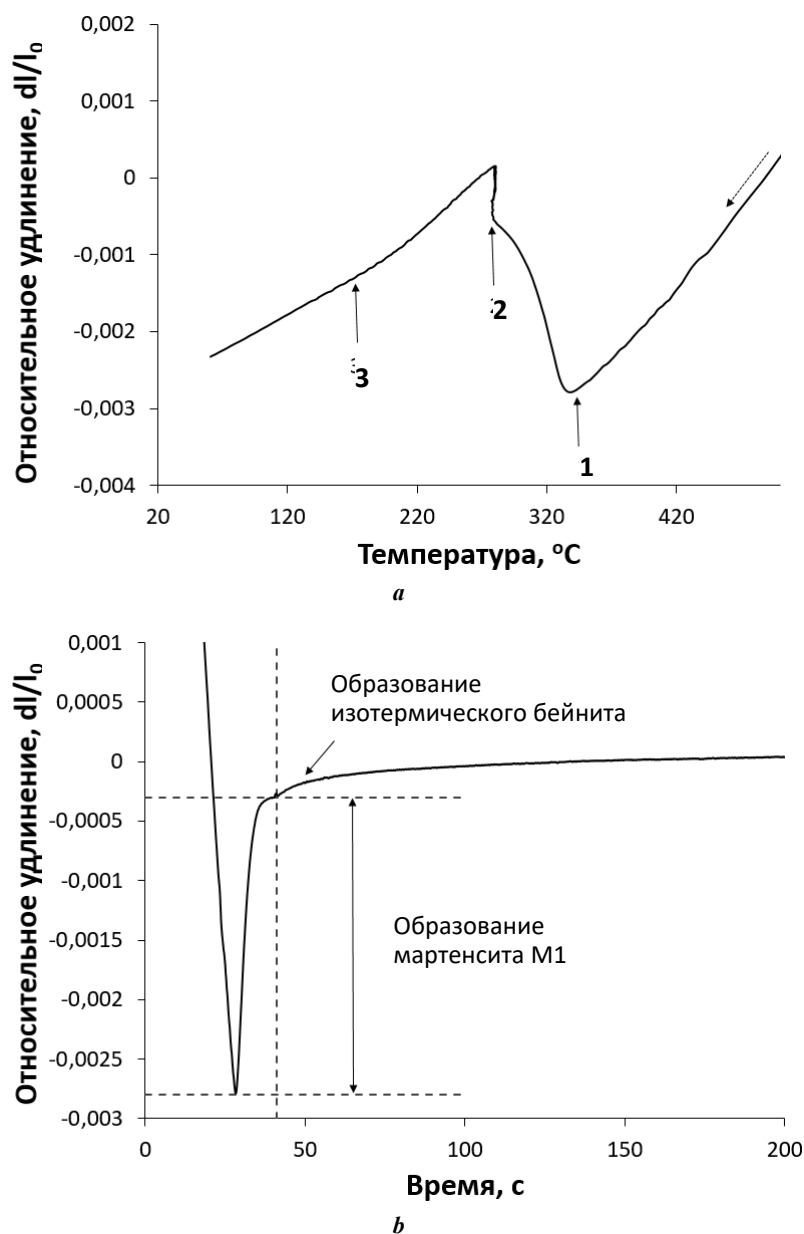
ний размеров образца не происходит (рис. 4 б), а при последующем охлаждении наблюдается лишь незначительное отклонение от линейной зависимости, связанное с образованием не более 3 % новой порции вторичного мартенсита М2 (стрелка 5 на рис. 4 а).

В результате расчетов были получены зависимости доли образующейся  $\alpha$ -фазы от температуры без учета остаточного аустенита (рис. 5). В частности, установлено, что при реализации одноступенчатой закалки QP1 в структуре стали формируется 73 % первичного мартенсита, 11 % бейнита и 16 % вторичного мартенсита (рис. 5 а), а при двухступенчатой закалке QP2 – 75 % первичного мартенсита, 16 % бейнита (суммарно на первой и второй ступенях обработки) и 9 % вторичного мартенсита (рис. 5 б).

После нормирования структурно-фазового состава исследуемой стали с учетом количества остаточного аустенита была построена диаграмма, приведенная на рис. 6.

Значения параметра решетки остаточного аустенита в структуре стали 20X2Г2СНМА после ступенчатой закалки и изотермической закалки при температуре 320 °С приведены на рис. 7. Наибольший параметр решетки аустенита наблюдается при одноступенчатой закалке с последующим отпуском (рис. 7 а). В стали 20X2Г2СНМА при температуре выдержки 320 °С количество остаточного аустенита в структуре повышается с увеличением продолжительности выдержки от 5 до 10 %, а параметр кристаллической решетки аустенита уменьшается от 3,6068 до 3,6037 Å.

Результаты металлографического исследования микроструктуры стали 20X2Г2СНМА приведены на рис. 8.



**Рис. 2.** Зависимость относительного удлинения образца стали 20Х2Г2СНМА от температуры (а) и времени (б) при реализации одноступенчатой закалки QP1.

1 – образование первичного мартенсита M1; 2 – изотермическая выдержка при 280 °С, 10 мин;  
3 – образование вторичного мартенсита M2

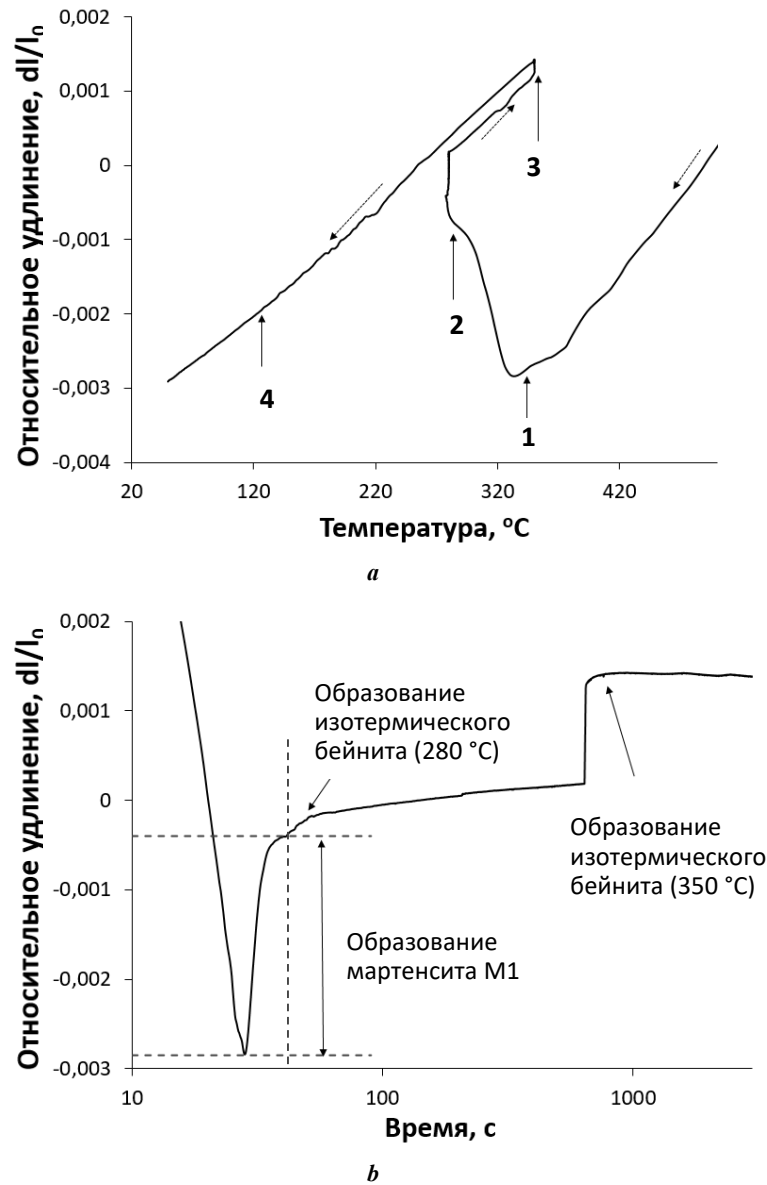
**Fig. 2.** The dependence of relative elongation of the 20Cr2Mn2SiNiMo steel sample on the temperature (a) and time (b) when implementing QP1 single-stage quenching. 1 – M1 primary martensite formation; 2 – isothermal holding at 280 °C; 3 – M2 secondary martensite formation

В случае одноступенчатой закалки QP1 и одноступенчатой закалки с отпуском QPT наблюдается выраженное окаймление пакетов первичного мартенсита и бейнита остаточным аустенитом (рис. 8 а, 8 б). Причем в случае одноступенчатой закалки с отпуском QPT (рис. 8 б) аустенитная окантовка пакетов  $\alpha$ -фазы более выражена, что свидетельствует о дополнительном оттоке углерода из мартенсита (первичного и вторичного) и бейнита в процессе отпуска. В случае двухступенчатой закалки подобных выраженных границ не выявлено, а области вторичного

мартенсита / остаточного аустенита имеют диффузное строение (рис. 8 с).

В таблице 2 приведены механические свойства исследуемой стали 20Х2Г2СНМА после ступенчатой закалки, а также после других режимов термической обработки, обеспечивающих близкий уровень прочности (изотермическая закалка в течение 2 ч при температуре 280 и 300 °С; закалка в масле и отпуск при температуре 200 и 300 °С).

На рис. 9 приведены сравнительные диаграммы механических свойств исследуемой стали после различных режимов термической обработки.



**Рис. 3.** Зависимость относительного удлинения образца стали 20Х2Г2СНМА от температуры (а) и времени (б) при реализации двухступенчатой закалки QP2.

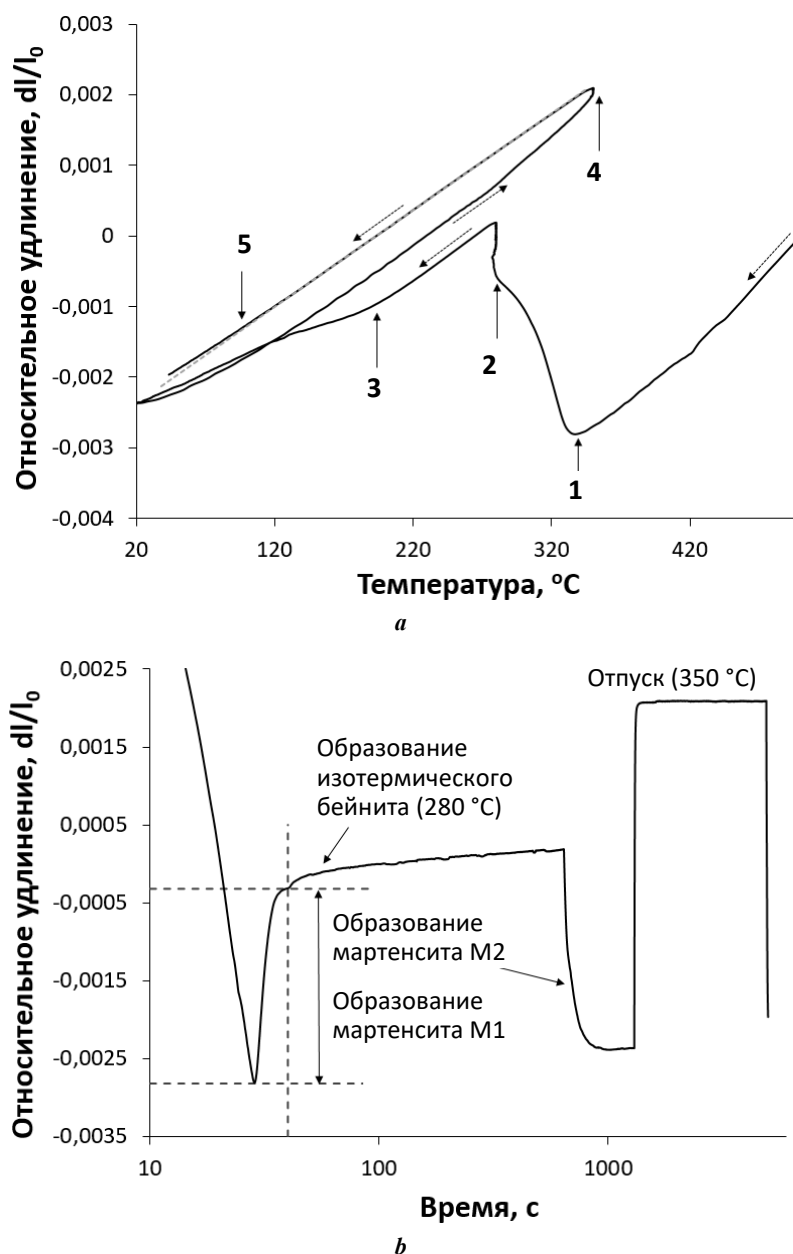
1 – образование первичного мартенсита M1; 2 – изотермическая выдержка при 280 °С, 10 мин; 3 – изотермическая выдержка при 350 °С, 60 мин; 4 – образование вторичного мартенсита M2  
**Fig. 3.** The dependence of relative elongation of the 20Cr2Mn2SiNiMo steel sample on the temperature (a) and time (b) when implementing QP2 two-stage quenching.

1 – M1 primary martensite formation; 2 – isothermal holding at 280 °C, 10 min; 3 – isothermal holding at 350 °C, 60 min; 4 – M2 secondary martensite formation

### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

В стали 20Cr2Mn2SiNiMo в ходе реализации одноступенчатой закалки QP1 понижение температуры мартенситного превращения после выдержки при температуре 280 °С (рис. 2 а) связано с обогащением непревращенного аустенита углеродом. Тем не менее наличие вторичного мартенситного превращения свидетельствует о недостаточном содержании углерода в аустените для смещения температуры M<sub>H</sub> ниже комнатной. Это является отклонением от одного из основных положений теории quenching – partitioning (полная стабилизация аустенита во время приостановки охлаждения).

В случае двухступенчатой закалки QP2 в процессе выдержки при 350 °С после приостановки образования бейнита наблюдается уменьшение размера образца на 2 % (рис. 3 б), что связано как с процессами отпуска α-фазы первичного мартенсита и бейнита, так и с диффузионным перераспределением углерода между α-фазой и аустенитом. При дальнейшем охлаждении от температуры второй ступени вторичное мартенситное превращение начинается при температуре ниже 140 °С (рис. 3 а). Это связано, во-первых, с меньшим (по сравнению с QP1) количеством непревращенного аустенита на момент начала охлаждения, поскольку при выдержке



**Рис. 4.** Зависимость относительного удлинения образца стали 20Х2Г2СНМА от температуры (а) и времени (б) при реализации одноступенчатой закалки с отпуском QPT.

1 – образование первичного мартенсита M1; 2 – изотермическая выдержка при 280 °С, 10 мин;  
3 – образование вторичного мартенсита M2; 4 – выдержка при отпуске, 350 °С, 60 мин;  
5 – образование вторичного мартенсита M2

**Fig. 4.** The dependence of relative elongation of the 20Cr2Mn2SiNiMo steel sample on the temperature (a) and time (b) when implementing QPT single-stage quenching with tempering.

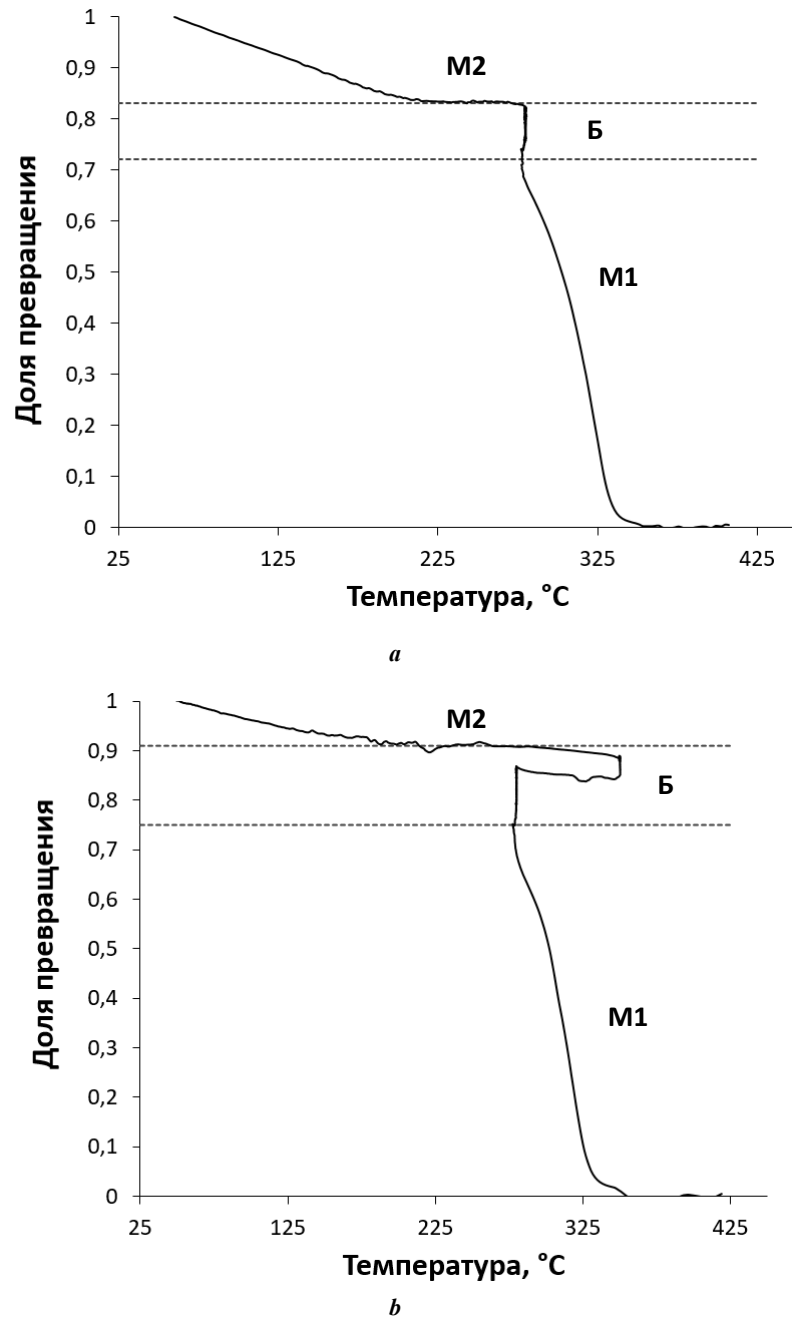
1 – M1 primary martensite formation; 2 – isothermal holding at 280 °C, 10 min; 3 – M2 secondary martensite formation; 4 – holding during tempering, 350 °C, 60 min; 5 – M2 secondary martensite formation

на второй ступени продолжается бейнитное превращение, во-вторых, с более эффективной стабилизацией остаточного аустенита. Как показал рентгеноструктурный фазовый анализ, после одноступенчатой закалки QP1 в исследуемой стали содержится порядка 6 % остаточного аустенита, а при реализации двухступенчатой закалки QP2 при комнатной температуре стабилизируется 14 % остаточного аустенита.

В случае одноступенчатой закалки со среднетемпературным отпуском QPT температура, при которой наблю-

дается образование вторичного мартенсита, составляет около 95 °C (рис. 4 а). Количество остаточного аустенита, стабилизированного в структуре исследуемой стали после ступенчатой закалки QPT, практически не отличается от результата, полученного при одноступенчатой закалке QP1, и составляет около 8 %. Таким образом, среднетемпературный отпуск после одноступенчатой закалки не приводит к заметному изменению количественного соотношения структурных составляющих. В процессе нагрева до температуры 350 °C dilatометрически фиксируется





**Рис. 5.** Зависимость доли превращения переохлажденного аустенита стали 20Х2Г2СНМА от температуры при реализации ступенчатой закалки (без учета остаточного аустенита):

*a* – QP1; *b* – QP2

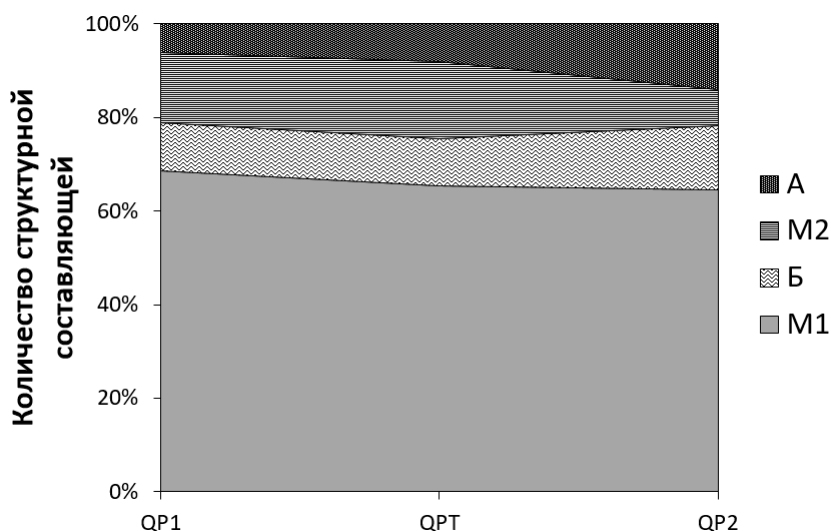
**Fig. 5.** The dependence of the fraction of transformation of supercooled 20Cr2Mn2SiNiMo steel austenite, on the temperature, during step quenching (without taking into account residual austenite):

*a* – QP1; *b* – QP2

нелинейная зависимость относительного удлинения от температуры, что свидетельствует о протекании процессов отпуски и релаксации напряжений.

При реализации одноступенчатой закалки с отпуском QPT состав микроструктуры практически не отличается от полученного в случае QP1. Двухступенчатая закалка приводит к увеличению содержания остаточного аустенита в структуре, в основном за счет сокращения количества вторичного мартенсита (рис. 6). При этом параметр решетки остаточного аустенита после двухступенчатой термической обработки QP2 меньше, чем после одноступен-

чатой обработки QP1 и QPT (рис. 7). Проведенные исследования стали 20Х2Г2СНМА показали, что для нее характерно уменьшение параметра кристаллической решетки остаточного аустенита при увеличении его содержания в структуре стали. Данное явление связано с тем, что при увеличении объемной доли обогащенного углеродом непревращенного аустенита, имеющегося в стали на момент окончания изотермической выдержки, концентрация углерода в нем выравнивается и усредняется, что сказывается на значении параметра кристаллической решетки. В случае одноступенчатой закалки QP1 температура



**Рис. 6.** Соотношение структурных составляющих стали 20X2Г2СНМА после реализации различных вариантов ступенчатой закалки.

*M1 – первичный мартенсит; B – бейнит; M2 – вторичный мартенсит; A – остаточный аустенит*

**Fig. 6.** The ratio of the 20Cr2Mn2SiNiMo steel structural components after the implementation of various options of step quenching.

*M1 – primary martensite; B – bainite; M2 – secondary martensite; A – residual austenite*

и продолжительность изотермической выдержки (280 °С, 10 мин) недостаточны для завершения бейнитного превращения и для диффузионного выравнивания концентрации углерода в непревращенном аустените. В результате этого аустенит в значительной степени обогащается углеродом только в объемах, непосредственно прилегающих к пакетам мартенсита и бейнита (что составило 6...8 % от всего объема металла), а в остальном объеме непревращенного аустенита концентрация углерода недостаточна для понижения температуры  $M_s$  ниже комнатной, вследствие чего охлаждение от температуры изотермической выдержки привело к образованию вторичного мартенсита M2 при температуре 215 °С и ниже.

В случае двухступенчатой закалки нагрев до температуры 350 °С обеспечил более полное протекание бейнитного превращения, за счет чего объем непревращенного аустенита был в большей степени раздроблен пакетами  $\alpha$ -фазы, что, наряду с повышенной температурой, способствовало более интенсивному протеканию диффузии атомов углерода от границ с  $\alpha$ -фазой вглубь объемов непревращенного аустенита. Вследствие этого вторичное мартенситное превращение при охлаждении протекало уже менее интенсивно и при более низкой температуре (140 °С) по сравнению с режимом QP1, а объем аустенита, обогащенный углеродом в достаточной степени для снижения температуры  $M_s$  ниже 20 °С, оказался существенно больше (14 %). Это подтверждается результатами металлографического исследования (рис. 8).

Двухступенчатая закалка QP2 обеспечивает максимальную разницу между условным пределом текучести и временным сопротивлением, а также достаточно высокое относительное удлинение, что обусловлено ТРИП-эффектом. С точки зрения широко используемого в зарубежной практике критерия PSE (произведение временного сопротивления и относительного удлине-

ния, МПа×% [16; 17]), применяемого в основном для автомобильных листовых сталей, наилучший результат для исследуемой стали 20X2Г2СНМА обеспечивает именно двухступенчатая закалка QP2 (PSE=22 490 МПа×%). Однако с точки зрения конструктивной надежности, требуемой для машиностроительных деталей, работающих в условиях знакопеременных нагрузок и износа, важными характеристиками являются также относительное сужение и ударная вязкость. В этом отношении уровень свойств, полученный в результате ступенчатой и изотермической закалки, значительно уступает свойствам, полученным после закалки и низкотемпературного отпуска.

Таким образом, в зависимости от назначения детали исследуемая сталь 20Cr2Mn2SiNiMo может обеспечить различное сочетание механических свойств (прочности, пластичности, ударной вязкости), а высокая устойчивость переохлажденного аустенита данной стали [18; 19] позволяет осуществлять режимы термической обработки с применением только конвективных охлаждающих сред.

Как видно, для достижения одновременно высокой прочности и пластичности сталь 20Cr2Mn2SiNiMo следует подвергать ступенчатой закалке по режиму QP2. Для достижения высокой ударной вязкости и относительного сужения рекомендуется проведение закалки и низкотемпературного отпуска при температуре не более 200 °С. При этом стоит отметить, что режим одноступенчатой закалки с отпуском QPT обеспечивает наименьшую ударную вязкость, а режим двухступенчатой закалки QP2 – наименьшее относительное сужение. Первое связано с проявлением отпускной хрупкости  $\alpha$ -фазы, второе – с превращением остаточного аустенита при деформации, сопровождающимся увеличением объема и формированием хрупкого высокоуглеродистого мартенсита.

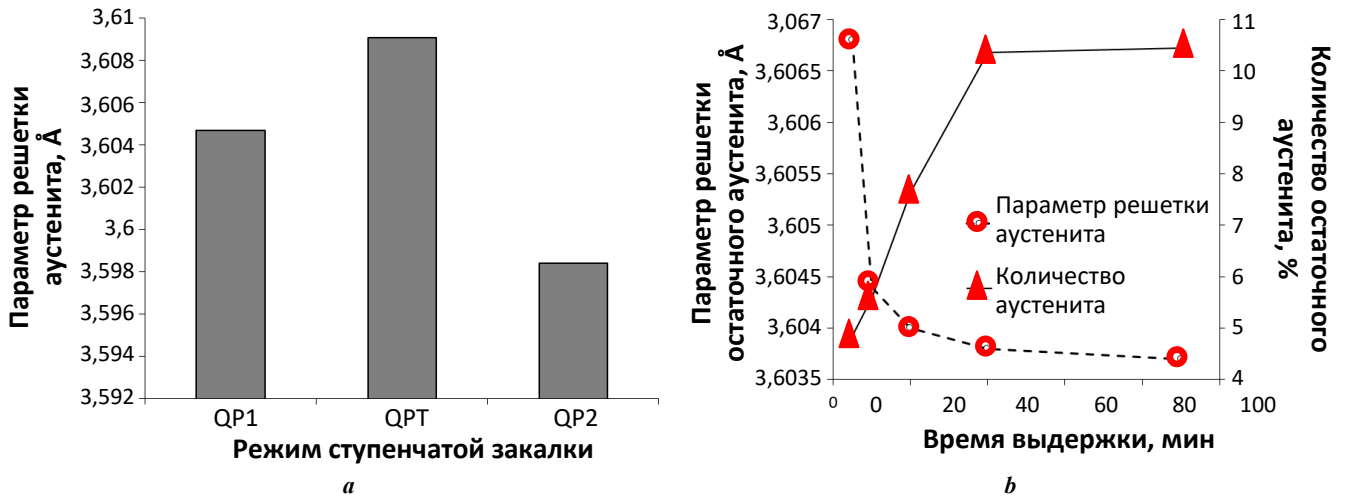


Рис. 7. Значения параметра решетки остаточного аустенита в структуре стали 20X2Г2СНМА после различных режимов термической обработки:

*a* – ступенчатая закалка; *b* – изотермическая закалка при 320 °С

Fig. 7. Values of the lattice parameter of residual austenite in the structure of 20Cr2Mn2SiNiMo steel after various heat treatment modes:

*a* – step quenching; *b* – isothermal quenching at 320 °С

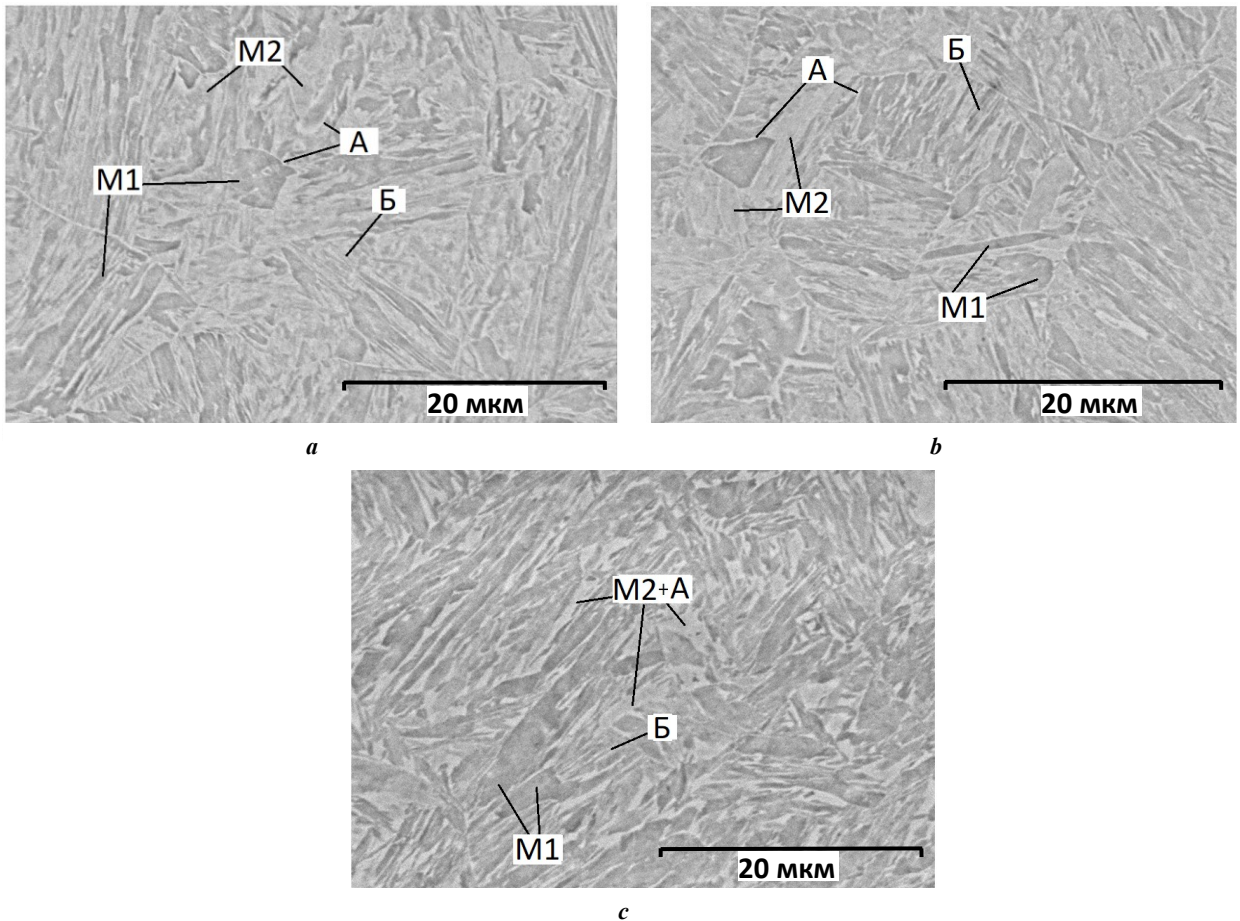


Рис. 8. Микроструктура стали 20X2Г2СНМА после различных вариантов ступенчатой закалки (растровая электронная микроскопия): *a* – QP1; *b* – QPT; *c* – QP2.

M1 – первичный мартенсит; Б – бейнит; M2 – вторичный мартенсит; А – остаточный аустенит

Fig. 8. The microstructure of 20Cr2Mn2SiNiMo steel after various options of step quenching (scanning electron microscopy): *a* – QP1; *b* – QPT; *c* – QP2.

M1 – primary martensite; Б – bainite; M2 – secondary martensite; A – residual austenite

Таблица 2. Механические свойства стали 20Х2Г2СНМА после различных режимов термической обработки  
 Table 2. Mechanical properties of 20Cr2Mn2SiNiMo steel after various heat treatment modes

Технология	Режим	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %	KCV, МДж/м <sup>2</sup>	PSE, МПа×%
Ступенчатая закалка	QP1	1 292	1 558	12,3	52,1	0,68	19 157
	QPT	1 297	1 477	13,0	55,2	0,47	19 121
	QP2	945	1 551	14,5	39,9	0,70	22 490
Изотермическая закалка	280 °С, 2 ч	1 038	1 398	13,8	47,5	0,72	19 286
	300 °С, 2 ч	1 045	1 430	15,2	51,9	0,61	21 665
Закалка в масле и отпуск	200 °С, 3 ч	1 294	1 540	13,3	60,2	0,89	20 533
	300 °С, 3 ч	1 269	1 494	12,2	59,5	0,76	18 273

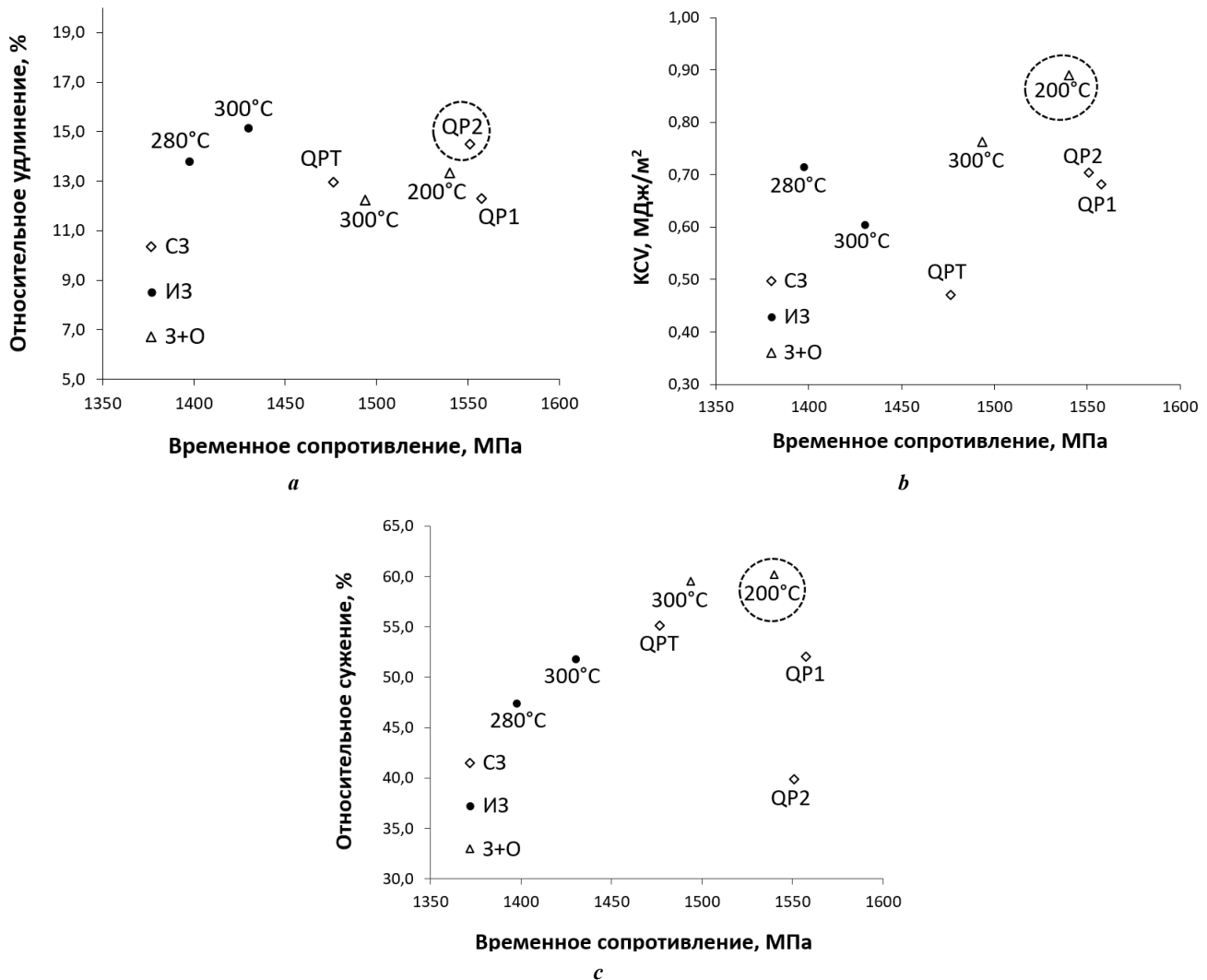


Рис. 9. Диаграммы механических свойств стали 20Х2Г2СНМА после различных вариантов термической обработки. СЗ – ступенчатая закалка; ИЗ – изотермическая закалка; З+О – закалка и отпуск; параметры режимов термообработки указаны возле соответствующих маркеров

Fig. 9. Diagrams of the mechanical properties of 20Cr2Mn2SiNiMo steel after various heat treatment options. СЗ – step quenching; ИЗ – isothermal quenching; З+О – quenching and tempering; parameters of heat treatment modes are indicated next to the corresponding markers



## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Проведено dilatометрическое исследование превращений переохлажденного аустенита в стали 20Cr2Mn2SiNiMo при реализации ступенчатой закалки по разным режимам: одноступенчатая закалка QP1, одноступенчатая закалка с отпуском QPT, двухступенчатая закалка QP2. Установлено, что в процессе ступенчатой закалки в стали формируются следующие структурные составляющие: первичный мартенсит при температуре ниже 345 °С, изотермический бейнит при температуре 280 и 350 °С, вторичный мартенсит при температуре ниже 215 °С (для QP1, QPT) и 140 °С (QP2).

2. Показано, что двухступенчатая закалка QP2 способствует стабилизации в структуре стали при комнатной температуре 14 % остаточного аустенита и обеспечивает меньшее количество вторичного мартенсита. При этом содержание углерода в остаточном аустените, характеризуемое параметром кристаллической решетки, после двухступенчатой закалки меньше, чем после одноступенчатой закалки.

3. На основании данных dilatометрического и рентгеноструктурного анализа установлен структурно-фазовый состав исследуемой стали после реализации ступенчатой закалки по разным режимам: 65...70 % первичного мартенсита; 10...14 % бейнита; 8...16 % вторичного мартенсита; 6...14 % остаточного аустенита.

4. Определены механические свойства исследуемой стали после различных вариантов ступенчатой закалки. Двухступенчатая закалка QP2 обеспечивает сочетание высокой прочности (1550 МПа) и относительного удлинения (14,5 %), однако относительное сужение оказывается минимальным (40 %). Одноступенчатая закалка с отпуском приводит к значительному снижению ударной вязкости (KCV 0,47 МДж/м<sup>2</sup>), что обусловлено проявлением отпускной хрупкости.

5. Показано, что с точки зрения конструктивной надежности машиностроительных деталей ступенчатая закалка не является оптимальным режимом термической обработки исследуемой стали. Наилучшее сочетание прочности (1540 МПа), пластичности (относительное удлинение 13 %, относительное сужение 60 %) и ударной вязкости (KCV 0,89 МДж/м<sup>2</sup>) достигается после закалки и низкотемпературного отпуска.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Speer J.G. Phase transformations in quenched and partitioned steels // *Phase transformations in steels. Diffusionless Transformations, High Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques*. Vol. 2. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2012. P. 247–270. DOI: [10.1533/9780857096111.2.247](https://doi.org/10.1533/9780857096111.2.247).
2. Liu Xingyu, Han Ying, Wei Junhu, Zu Guoqing, Zhao Yu, Zhu Weiwei, Ran Xu. Effect of tempering temperature on microstructure and mechanical properties of a low carbon bainitic steel treated by quenching-partitioning-tempering (QPT) process // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 23. P. 911–918. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.01.061](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.01.061).
3. Zahrani M.M., Ketabchi M., Ranjbarnodeh E. Microstructure development and mechanical properties of a C–Mn–Si–Al–Cr cold rolled steel subjected to quenching and partitioning treatment // *Journal of Materials Research and Technology*. 2023. Vol. 22. P. 2806–2818. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.12.130](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.12.130).
4. Xu Wen-hua, Li Yang, Xiao Gui-yong, Gu Guo-chao, Lu Yu-peng. Effects of quenching and partitioning on microstructure and properties of high-silicon and high-aluminum medium carbon alloy steels // *Materials Today: Communications*. 2023. Vol. 34. Article number 105031. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2022.105031](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105031).
5. Tian Yu, Tan Zhunli, Wang Jiong, Zhang Min. Realization of quenching & dynamic partitioning on large-size parts // *Materials and Manufacturing Processes*. 2022. Vol. 37. № 13. P. 1490–1499. DOI: [10.1080/10426914.2021.2016815](https://doi.org/10.1080/10426914.2021.2016815).
6. Samanta S., Das S., Chakrabarti D., Samajdar I., Singh S.B., Haldar A. Development of multiphase microstructure with bainite, martensite, and retained austenite in a Co-containing steel through quenching and partitioning (Q&P) treatment // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2013. Vol. 44. P. 5653–5664. DOI: [10.1007/s11661-013-1929-y](https://doi.org/10.1007/s11661-013-1929-y).
7. Kumar S., Singh S.B. Evolution of microstructure during the “quenching and partitioning (Q&P)” treatment // *Materialia*. 2021. Vol. 18. Article number 101135. DOI: [10.1016/j.mtla.2021.101135](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2021.101135).
8. Zambrano O.A. A Review on the Effect of Impact Toughness and Fracture Toughness on Impact-Abrasion Wear // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2021. Vol. 30. P. 7101–7116. DOI: [10.1007/s11665-021-05960-5](https://doi.org/10.1007/s11665-021-05960-5).
9. Chintia A.R., Valtonen K., Kuokkala V.-T., Kundu S., Peet M.J., Bhadeshia H.K.D.H. Role of fracture toughness in impact-abrasion wear // *Wear*. 2019. Vol. 428–429. P. 430–437. DOI: [10.1016/j.wear.2019.03.028](https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.03.028).
10. Pang J.C., Li S.X., Wang Z.G., Zhang Z.F. Relations between fatigue strength and other mechanical properties of metallic materials // *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*. 2014. Vol. 37. № 9. P. 958–976. DOI: [10.1111/ffe.12158](https://doi.org/10.1111/ffe.12158).
11. Fleck N.A., Kang K.J., Ashby M.F. Overview no. 112: The cyclic properties of engineering materials // *Acta Metallurgica et Materialia*. 1994. Vol. 42. № 2. P. 365–381. DOI: [10.1016/0956-7151\(94\)90493-6](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90493-6).
12. Maisuradze M.V., Ryzhkov M.A. Thermal Stabilization of Austenite During Quenching and Partitioning of Austenite for Automotive Steels // *Metallurgist*. 2018. Vol. 62. P. 337–347. DOI: [10.1007/s11015-018-0666-2](https://doi.org/10.1007/s11015-018-0666-2).
13. Speer J.G., De Moor E., Clarke A.J. Critical Assessment 7: Quenching and partitioning // *Materials Science and Technology*. 2015. Vol. 31. № 1. P. 3–9. DOI: [10.1179/1743284714Y.0000000628](https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000628).
14. Maisuradze M.V., Ryzhkov M.A., Yudin Yu.V., Kuklina A.A. Transformations of supercooled austenite in a promising high-strength steel grade under continuous cooling conditions // *Metal Science and Heat Treatment*. 2017. Vol. 59. P. 486–490. DOI: [10.1007/s11041-017-0176-z](https://doi.org/10.1007/s11041-017-0176-z).
15. Kop T.A., Sietsma J., Van Der Zwaag S. Dilatometric analysis of phase transformations in hypo-eutectoid steels // *Journal of Materials Science*. 2001. Vol. 36. P. 519–526. DOI: [10.1023/A:1004805402404](https://doi.org/10.1023/A:1004805402404).
16. Huang Fei, Chen Qiwei, Ding Hanlin, Wang Yongqiang, Mou Xiuting, Chen Jian. Automotive Steel with a High Product of Strength and Elongation used for Cold and Hot Forming Simultaneously // *Materials*. 2021. Vol. 14. № 5. Article number 1121. DOI: [10.3390/ma14051121](https://doi.org/10.3390/ma14051121).

17. Yang Feng, Zhou Jian, Han Yun, Liu Peng, Luo Haiwen, Dong Han. A novel cold-rolled medium Mn steel with an ultra-high product of tensile strength and elongation // *Materials Letters*. 2020. Vol. 258. Article number 126804. DOI: [10.1016/j.matlet.2019.126804](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.126804).
  18. Maisuradze M.V., Yudin Yu.V., Kuklina A.A. Formation of Microstructure in Advanced Low-Carbon Steel of Martensitic Class Under Heat Treatment // *Metal Science and Heat Treatment*. 2021. Vol. 62. P. 550–556. DOI: [10.1007/s11041-021-00601-z](https://doi.org/10.1007/s11041-021-00601-z).
  19. Maisuradze M.V., Ryzhkov M.A., Lebedev D.I. Microstructure and mechanical properties of martensitic high-strength engineering steel // *Metallurgist*. 2020. Vol. 64. P. 640–651. DOI: [10.1007/s11015-020-01040-6](https://doi.org/10.1007/s11015-020-01040-6).
- REFERENCES**
1. Speer J.G. Phase transformations in quenched and partitioned steels. *Phase transformations in steels. Diffusionless Transformations, High Strength Steels, Modelling and Advanced Analytical Techniques*. Cambridge, Woodhead Publishing Limited, 2012. Vol. 2, pp. 247–270. DOI: [10.1533/9780857096111.2.247](https://doi.org/10.1533/9780857096111.2.247).
  2. Liu Xingyu, Han Ying, Wei Junhu, Zu Guoqing, Zhao Yu, Zhu Weiwei, Ran Xu. Effect of tempering temperature on microstructure and mechanical properties of a low carbon bainitic steel treated by quenching-partitioning-tempering (QPT) process. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 23, pp. 911–918. DOI: [10.1016/j.jmrt.2023.01.061](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.01.061).
  3. Zahrani M.M., Ketabchi M., Ranjbarnodeh E. Microstructure development and mechanical properties of a C–Mn–Si–Al–Cr cold rolled steel subjected to quenching and partitioning treatment. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, vol. 22, pp. 2806–2818. DOI: [10.1016/j.jmrt.2022.12.130](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.12.130).
  4. Xu Wen-hua, Li Yang, Xiao Gui-yong, Gu Guo-chao, Lu Yu-peng. Effects of quenching and partitioning on microstructure and properties of high-silicon and high-aluminum medium carbon alloy steels. *Materials Today: Communications*, 2023, vol. 34, article number 105031. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2022.105031](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2022.105031).
  5. Tian Yu, Tan Zhunli, Wang Jiong, Zhang Min. Realization of quenching & dynamic partitioning on large-size parts. *Materials and Manufacturing Processes*, 2022, vol. 37, no. 13, pp. 1490–1499. DOI: [10.1080/10426914.2021.2016815](https://doi.org/10.1080/10426914.2021.2016815).
  6. Samanta S., Das S., Chakrabarti D., Samajdar I., Singh S.B., Haldar A. Development of multiphase microstructure with bainite, martensite, and retained austenite in a Co-containing steel through quenching and partitioning (Q&P) treatment. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2013, vol. 44, pp. 5653–5664. DOI: [10.1007/s11661-013-1929-y](https://doi.org/10.1007/s11661-013-1929-y).
  7. Kumar S., Singh S.B. Evolution of microstructure during the “quenching and partitioning (Q&P)” treatment. *Materialia*, 2021, vol. 18, article number 101135. DOI: [10.1016/j.mtla.2021.101135](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2021.101135).
  8. Zambrano O.A. A Review on the Effect of Impact Toughness and Fracture Toughness on Impact-Abrasion Wear. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, vol. 30, pp. 7101–7116. DOI: [10.1007/s11665-021-05960-5](https://doi.org/10.1007/s11665-021-05960-5).
  9. Chinthia A.R., Valtonen K., Kuokkala V.-T., Kundu S., Peet M.J., Bhadeshia H.K.D.H. Role of fracture toughness in impact-abrasion wear. *Wear*, 2019, vol. 428–429, pp. 430–437. DOI: [10.1016/j.wear.2019.03.028](https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.03.028).
  10. Pang J.C., Li S.X., Wang Z.G., Zhang Z.F. Relations between fatigue strength and other mechanical properties of metallic materials. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 2014, vol. 37, no. 9, pp. 958–976. DOI: [10.1111/ffe.12158](https://doi.org/10.1111/ffe.12158).
  11. Fleck N.A., Kang K.J., Ashby M.F. Overview no. 112: The cyclic properties of engineering materials. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1994, vol. 42, no. 2, pp. 365–381. DOI: [10.1016/0956-7151\(94\)90493-6](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90493-6).
  12. Maisuradze M.V., Ryzhkov M.A. Thermal Stabilization of Austenite During Quenching and Partitioning of Austenite for Automotive Steels. *Metallurgist*, 2018, vol. 62, pp. 337–347. DOI: [10.1007/s11015-018-0666-2](https://doi.org/10.1007/s11015-018-0666-2).
  13. Speer J.G., De Moor E., Clarke A.J. Critical Assessment 7: Quenching and partitioning. *Materials Science and Technology*, 2015, vol. 31, no. 1, pp. 3–9. DOI: [10.1179/1743284714Y.0000000628](https://doi.org/10.1179/1743284714Y.0000000628).
  14. Maisuradze M.V., Ryzhkov M.A., Yudin Yu.V., Kuklina A.A. Transformations of supercooled austenite in a promising high-strength steel grade under continuous cooling conditions. *Metal Science and Heat Treatment*, 2017, vol. 59, pp. 486–490. DOI: [10.1007/s11041-017-0176-z](https://doi.org/10.1007/s11041-017-0176-z).
  15. Kop T.A., Sietsma J., Van Der Zwaag S. Dilatometric analysis of phase transformations in hypo-eutectoid steels. *Journal of Materials Science*, 2001, vol. 36, pp. 519–526. DOI: [10.1023/A:1004805402404](https://doi.org/10.1023/A:1004805402404).
  16. Huang Fei, Chen Qiwei, Ding Hanlin, Wang Yongqiang, Mou Xiuting, Chen Jian. Automotive Steel with a High Product of Strength and Elongation used for Cold and Hot Forming Simultaneously. *Materials*, 2021, vol. 14, no. 5, article number 1121. DOI: [10.3390/ma14051121](https://doi.org/10.3390/ma14051121).
  17. Yang Feng, Zhou Jian, Han Yun, Liu Peng, Luo Haiwen, Dong Han. A novel cold-rolled medium Mn steel with an ultra-high product of tensile strength and elongation. *Materials Letters*, 2020, vol. 258, article number 126804. DOI: [10.1016/j.matlet.2019.126804](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2019.126804).
  18. Maisuradze M.V., Yudin Yu.V., Kuklina A.A. Formation of Microstructure in Advanced Low-Carbon Steel of Martensitic Class Under Heat Treatment. *Metal Science and Heat Treatment*, 2021, vol. 62, pp. 550–556. DOI: [10.1007/s11041-021-00601-z](https://doi.org/10.1007/s11041-021-00601-z).
  19. Maisuradze M.V., Ryzhkov M.A., Lebedev D.I. Microstructure and mechanical properties of martensitic high-strength engineering steel. *Metallurgist*, 2020, vol. 64, pp. 640–651. DOI: [10.1007/s11015-020-01040-6](https://doi.org/10.1007/s11015-020-01040-6).

## The study of transformations of supercooled austenite during step quenching of 20Cr2Mn2SiNiMo steel

© 2024

*Mikhail V. Maisuradze*<sup>1,3</sup>, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair “Heat Treatment and Physics of Metals”

*Aleksandra A. Kuklina*<sup>\*1,2,4</sup>, PhD (Engineering), assistant professor of Chair “Physics”,

Head of Scientific-Research and Testing Laboratory of Geocryology, Soil Physics and Materials, engineer of Laboratory of Structural Methods of Analysis and Properties of Materials and Nanomaterials

*Vera V. Nazarova*<sup>1</sup>, postgraduate student of Chair “Heat Treatment and Physics of Metals”

<sup>1</sup>Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg (Russia)

<sup>2</sup>Ural State Mining University, Yekaterinburg (Russia)

\*E-mail: kuklina@m.ursmu.ru,  
Kuklina.aleksandra@rambler.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2850-2988>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3779-3254>

Received 26.06.2023

Accepted 26.01.2024

**Abstract:** Currently, step quenching of steels in the temperature range of martensitic transformation, including quenching – partitioning, has found wide application in the automotive industry. Step quenching technology is successfully used to increase a set of properties, which most often include temporary tensile strength and relative elongation. The authors carried out a dilatometric study of the supercooled austenite transformations occurring in the 20Cr2Mn2SiNiMo steel, when implementing various options of step quenching with holding in the martensitic region. It was found that after single-stage quenching, single-stage quenching followed by tempering, and two-stage quenching, primary martensite, isothermal bainite, and secondary martensite are formed in various quantitative ratios. Using X-ray diffraction phase analysis, the amount of residual austenite was determined during step quenching. It has been shown that two-stage quenching makes it possible to stabilise up to 14 % of residual austenite, in the structure of the studied steel, at room temperature. Research has revealed that 20Cr2Mn2SiNiMo steel is characterised by a decrease in the crystal lattice parameter of the residual austenite, with an increase in its content in the steel structure. Uniaxial tensile and impact bending tests were carried out, and the values of the mechanical properties were determined. It has been found that during two-stage quenching, higher strength and elongation values, with lower values of relative contraction and impact strength are achieved compared to oil quenching and low-temperature tempering. The study showed that, with regard to the structural reliability of machine-building parts, step quenching is not the optimal heat treatment mode for the steel under study. The best combination of strength, ductility and impact hardness is achieved after quenching and low-temperature tempering.

**Keywords:** supercooled austenite transformations; step quenching; 20Cr2Mn2SiNiMo steel; 20Cr2Mn2SiNiMo; quenching – partitioning; isothermal quenching; quenching and tempering; residual austenite; primary martensite; isothermal bainite; secondary martensite.

**Acknowledgments:** The study was supported by the Russian Science Foundation grant No. 22-29-00106, [https://grant.rscf.ru/prjcard\\_int?22-29-00106](https://grant.rscf.ru/prjcard_int?22-29-00106).

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:** Maisuradze M.V., Kuklina A.A., Nazarova V.V. The study of transformations of supercooled austenite during step quenching of 20Cr2Mn2SiNiMo steel. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 53–65. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-5.

**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 оксидирования, 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 11 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.



## Особенности терморекционной способности электролитических никелевых покрытий с различной морфологией поверхности

© 2024

Матвеева Надежда Сергеевна, аспирант

Грызунова Наталья Николаевна\*<sup>1</sup>, доктор физико-математических наук, доцент,  
профессор кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика»

Тольяттинский государственный университет, Тольятти (Россия)

\*E-mail: gryzunova@tltu.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2802-9537>

Поступила в редакцию 21.06.2023

Принята к публикации 07.12.2023

**Аннотация:** Никелевые покрытия, состоящие из ориентированных структур, обладают уникальными каталитическими свойствами. Однако температурный интервал применения таких покрытий не определен, и требуется всестороннее изучение их термических свойств в агрессивных средах. В работе изучалось влияние особенностей габитуса кристаллов никеля на их реакционную способность с повышением температуры (терморекционную способность). Исследовались никелевые покрытия, полученные методом электроосаждения с добавлением в электролит ингибирующих добавок в виде хлоридов щелочных металлов. Для исследования реакционной способности покрытий в температурных полях применялся дифференциальный термический анализ. В качестве агрессивной среды использовался кислород. Фазовый состав образцов после нагрева определялся при помощи порошкового рентгеновского дифрактометра. Введенные добавки в виде хлоридов щелочных металлов позволили сформировать покрытия, состоящие из кристаллов конусообразного габитуса. Обнаружено, что введение в электролит добавок в виде солей щелочных металлов позволяет изменить габитус кристаллов никеля и увеличить площадь поверхности покрытия примерно на 10–15 %. Показано, что электроосажденные никелевые покрытия, состоящие из кристаллов в виде микро- и наноконусов, обладают (по сравнению с контрольным покрытием) пониженной терморекционной способностью. Экспериментальные данные позволили сделать вывод, что уменьшение интенсивности окисления на исследуемых покрытиях может быть связано с наличием преимущественного развития определенных кристаллографических граней у кристаллов, что обуславливает изменение характера взаимодействия никеля с кислородом и, как следствие, изменение интенсивности окисления.

**Ключевые слова:** никелевые покрытия; электроосаждение никеля; конусообразные кристаллы; терморекционная способность.

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

**Для цитирования:** Матвеева Н.С., Грызунова Н.Н. Особенности терморекционной способности электролитических никелевых покрытий с различной морфологией поверхности // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 67–75. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-6.

### ВВЕДЕНИЕ

Развитие современных технологий повышает требования к электроосажденным металлическим покрытиям. Традиционно никелирование применяется для защиты от коррозии, повышения износостойкости и прочности деталей, декоративной отделки поверхностей и др. Однако в последнее время ведется активная разработка технологии получения никелевых покрытий или пленок, состоящих из массивов ориентированных структур. Среди большого объема научной информации значительное количество публикаций посвящено именно способам формирования никелевых покрытий с развитой поверхностью, состоящих из массивов ориентированных структур [1–3]. В частности, в работе [1] методом магнетронного распыления никелевой мишени получали пленки из наноконусов никеля. В [2–4] для создания ориентированных структур на поверхностях различной природы использовался метод электроосаждения. В работах [2; 5; 6] никелевые покрытия, состоящие из столбчатых структур, получали путем модифи-

цирования электролита. Авторы [2] для получения массивов никелевых наноконусов предложили вводить в электролит модифицирующий агент в виде солянокислого этилендиамина. В работах [6–8] роль модифицирующих агентов играли хлориды кальция, натрия и калия. В [9] были изготовлены вертикально расположенные массивы никелевых микро- и наностержней путем гальваностатического электролиза на титановую подложку без каких-либо твердых шаблонов и поверхностно активных веществ.

Анализ публикаций позволил выделить работы, посвященные изучению свойств покрытий из массивов ориентированных структур. В [10; 11] исследовались коррозионные свойства высокогидрофобных иерархических никелевых покрытий. Исследования показали, что коррозионная стойкость покрытий повышается при использовании хлоридного электролита и наноструктурированного никеля в качестве матрицы. В работе [12] предложено использовать никель-кобальтовую развитую поверхность в качестве металлокаркаса для создания высокоэффективных суперконденсаторов. Исследования [2]

магнитных свойств массивов никелевых структур продемонстрировали существование сильной анизотропии. Предложено наносить кремниевый композит на никелевые подложки с развитой поверхностью для увеличения емкости литий-ионных батарей [2; 13].

Никелевые покрытия с развитой поверхностью, состоящие из ориентированных структур или конусообразных кристаллов, имеют высокий потенциал практического применения. В полупроводниковой технике их предполагается использовать для создания сенсорных устройств и магнитных устройств хранения информации [14]. Никелевые покрытия находят применение в качестве ультрагидрофобных слоев [10; 11], суперконденсаторов [12], катализаторов [15–17]. В [13] предложено использовать электроосажденные никелевые микро- и наноконусы для создания иерархически структурированного токосъемника для литиевых аккумуляторов.

В приведенных работах исследованы магнитные, гидрофобные, коррозионные, каталитические свойства никелевых покрытий с развитой поверхностью, однако отсутствуют публикации, связанные с исследованиями их термических свойств в агрессивных средах.

Под терморекционной способностью в данной работе будем понимать интенсивность окисления никеля в кислороде под воздействием повышенных температур. Известно [18], что реакционная способность может зависеть от кристаллической структуры, концентрации дефектов и морфологии поверхности металла.

Цель исследования – изучение влияния особенностей габитуса кристаллов никеля в электроосажденных покрытиях на их реакционную способность с повышением температуры.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Никелевые покрытия, состоящие из конусообразных кристаллов, были получены методом электроосаждения из никелевого электролита на основе  $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  марки «Ч» в концентрации 3 моль/л. Для получения покрытий с разной морфологией поверхности в исходный электролит вводились соли щелочных металлов (хлорид натрия и хлорид калия), взятые в одинаковом мольном количестве (3 моль/л электролита).

Электроосаждение проводилось на подложки – микросетки из нержавеющей стали. Подложки были предварительно подготовлены для электроосаждения: очищены, обезжирены, промыты и высушены. В качестве анода использовался никель марки НПАН (никель полуфабрикатный анодный непаассивирующийся). Электроосаждение осуществлялось при температуре  $t=60\text{ }^\circ\text{C}$  и плотности тока  $j=1,5\text{ A/дм}^2$ . Время электроосаждения  $\tau=600\text{ с}$ .

Для оценки морфологии поверхности полученных никелевых покрытий были использованы сканирующий электронный микроскоп Carl Zeiss Sigma и лазерный сканирующий микроскоп Olympus LEXT OLS4000. Для выявления влияния габитуса кристаллов и морфологии поверхности электроосажденных никелевых покрытий на их реакционную способность (поведение никеля в агрессивной среде с повышением температуры) был применен дифференциальный термический анализ (ДТА), который проводился на приборе DTG60/60H. В качестве агрессивной среды применялся кислород. Нагрев осуществлялся с комнатной температуры до  $1100\text{ }^\circ\text{C}$  со

скоростью  $10\text{ град/мин}$  при скорости подачи газа  $35\text{ мл/мин}$ . Для проведения дифференциального термического анализа никелевых покрытий разной морфологии вырезали диски диаметром, равным внутреннему диаметру керамических тиглей для непосредственного отжига в приборе. Масса образцов была одинаковой и составляла  $m=(7,0\pm 0,5)\text{ мг}$ . Для каждого вида покрытий проводилось не менее 10 calorиметрических исследований.

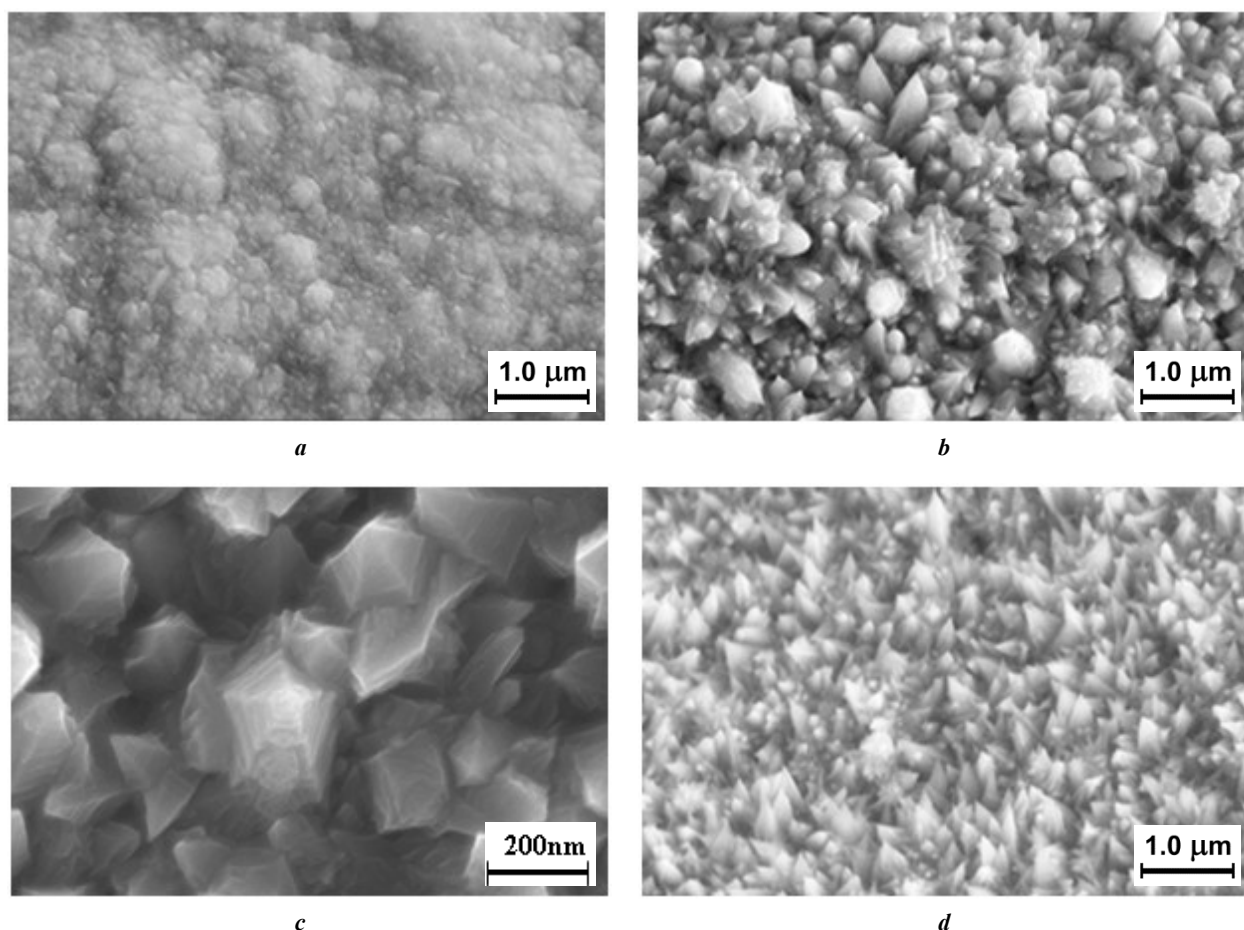
Фазовый и примерный количественный состав образцов определялся при помощи порошкового рентгеновского дифрактометра Shimadzu XRD-7000. Идентификация фаз осуществлялась с применением базы данных стандартных образцов для порошковой дифракции JCPDS путем сравнения интенсивности пиков и межплоскостных расстояний. Интенсивность окисления оценивалась с использованием рентгеновского дифрактометра по изменению количественного состава фаз образцов после нагревания.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 1 представлены микрофотографии исследуемых образцов. На рис. 1 а изображена морфология поверхности образца, полученного из чистого электролита без добавления хлоридов – контрольного образца. Изображения, полученные при помощи сканирующей электронной микроскопии, показали, что в этом случае никелевое покрытие имеет морфологию без ярко выраженного микрорельефа поверхности (рис. 1 а). При введении в электролит исследуемых добавок рельеф поверхности существенно меняется (рис. 1 б–д) за счет формирования покрытий, состоящих из кристаллов конусообразного габитуса. В покрытиях с хлоридом натрия (рис. 1 б) в значительном количестве встречаются кристаллы с пентагональной симметрией (рис. 1 с). При этом более однородная морфология поверхности наблюдается у покрытий, полученных с введением в электролит хлорида калия (рис. 1 д).

Детальные микроскопические исследования показали, что введение в исходный электролит хлорида калия позволяет получать покрытие, практически на 100 % состоящее из конусообразных кристаллов (рис. 1 д, 2 а). Из них порядка 40 % кристаллов у основания в поперечном направлении имеют наноразмеры (параметр «а» на рис. 2 б). Определение площади поверхности никелевых покрытий на лазерном сканирующем микроскопе показало, что введение в электролит добавок в виде солей щелочных металлов позволяет не только изменить габитус кристаллов никеля в покрытии, но и увеличить площадь его поверхности. Так, если за 100 % принять площадь поверхности контрольного образца (никелевого покрытия, полученного из чистого электролита (рис. 1 а)), то площадь поверхности покрытий, полученных из электролитов с добавками NaCl и KCl, увеличилась на 10 и 15 % соответственно.

С помощью сканирующей электронной микроскопии была произведена оценка среднего размера конусов никеля в исследуемых покрытиях. На рис. 2 с представлена диаграмма зависимости среднего размера конусообразных кристаллов в покрытии от вида добавки в электролите. На рис. 2 d оценено отношение высоты конуса к его основанию. Полученные результаты говорят о том, что добавка в электролит хлорида калия



**Рис. 1.** Электронно-микроскопические снимки никелевого покрытия на микросетке из нержавеющей стали: *a* – образец из чистого электролита; *b, c* – образец с добавлением хлорида натрия; *d* – образец с добавлением хлорида калия  
**Fig. 1.** Electron micrographs of a nickel coating on a stainless steel microgrid: *a* – sample of pure electrolyte; *b, c* – sample with added sodium chloride; *d* – sample with added potassium chloride

позволяет увеличивать площадь поверхности покрытия за счет ярко выраженной анизотропии роста кристаллов. Таким образом, применение хлорида калия позволяет получать более мелкокристаллические покрытия, состоящие из кристаллов конусообразного габитуса со средним размером 300–400 нм.

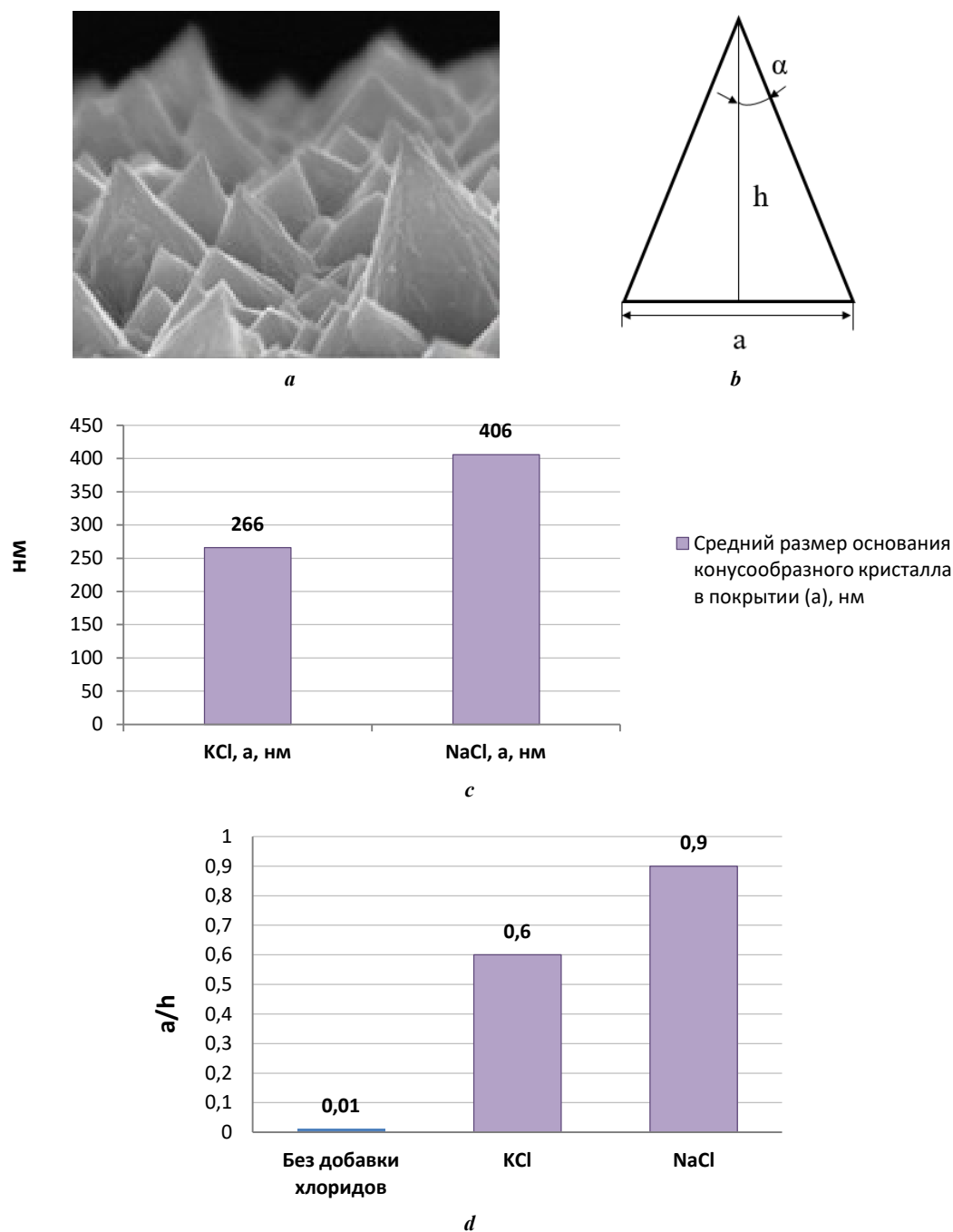
Результаты ДТА представлены на рис. 3–5. На графике (рис. 3) контрольного образца во всем интервале температур не наблюдается пиков теплопоглощения и тепловыделения. У образца из электролита с хлоридом натрия наблюдаются два пика. В интервале температур от 600 до 710 °С – эндотермический пик, в интервале температур примерно от 810 до 870 °С – экзотермический пик (рис. 4). У другого образца (из электролита с хлоридом калия) также можно наблюдать два аналогичных пика, но смещенных в более высокую область температур. Эндотермический – от 630 до 740 °С, экзотермический – от 830 до 880 °С (рис. 5).

На рис. 6 представлены дифрактограммы с отмеченными линиями фаз для всех трех видов покрытий. В связи с тем, что покрытие нанесено на микросетки из нержавеющей стали, помимо фаз никеля и оксида никеля можно наблюдать фазы других соединений. Шумы, присутствующие на дифрактограммах, обусловлены наличием флуоресцирующего железа самой микросетки.

Примерный количественный фазовый состав говорит о том, что контрольное покрытие претерпевает значительное окисление (примерно 53 % никеля окислилось), интенсивность окисления покрытий из электролитов с добавками ниже (для покрытий из электролита с NaCl она составила примерно 17 %, для покрытий из электролита с KCl – примерно 39 %).

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Первые пики в образцах мы связываем с отжигом дефектов ростового происхождения и с процессами рекристаллизации никеля в этом интервале температур. Согласно формуле Бочвара ( $T_p = a \times T_{пл}$ , где  $T_p$  – температура рекристаллизации,  $a$  – коэффициент, зависящий от чистоты металла,  $T_{пл}$  – температура плавления) рекристаллизация никеля может начинаться уже при температуре  $T_p = 0,4T_{пл}$ . Для никеля это (по разным данным) примерно 580–600 °С. В никелевом покрытии контрольного образца процесс рекристаллизации выражен не так ярко, как для исследуемых образцов. Это, по нашему мнению, связано с тем, что при формировании покрытий исследуемых образцов происходит избирательное ингибирование роста кристаллов. За счет ингибирования одних кристаллографических граней другие получили преимущественное развитие.



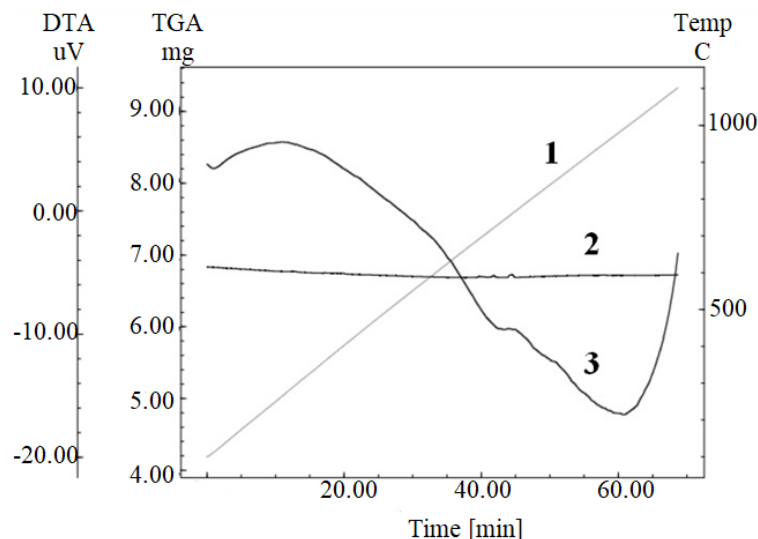
**Рис. 2.** Вид конусов в покрытии, где  $a$  – основание,  $h$  – высота конуса,  $\alpha$  – угол при вершине (a); схематичное изображение конусообразного кристалла никеля и его геометрических параметров (b); диаграмма среднего размера кристаллов никеля в покрытии при разных добавках в электролит (c); диаграмма отношения линейных размеров конусов в покрытиях разной морфологии (d)  
**Fig. 2.** A view of cones in the coating, where  $a$  is the base,  $h$  is the cone height,  $\alpha$  is the angle at the apex (a); schematic representation of a cone-shaped nickel crystal and its geometric parameters (b); diagram of the average size of nickel crystals in the coating with different additions to the electrolyte (c); diagram of the ratio of the linear dimensions of cones in coatings of different morphologies (d)

В [13] представлены результаты рентгеноструктурного анализа таких покрытий. Они показали, что при добавлении хлорида натрия или хлорида калия в электролит у формирующихся в покрытии кристаллов наблюдается преимущественное развитие граней (111) и торможение развития граней (200).

В покрытиях с добавлением хлорида натрия присутствуют конусообразные кристаллы с пентагональной

симметрией [19; 20], которые обладают большой запасенной внутренней энергией [21], поэтому в покрытиях из электролита с NaCl интенсивный процесс рекристаллизации начинается при более низких температурах. Согласно данным термического анализа, изменение энтальпии ( $\Delta H$ ) при возникновении первых пиков для покрытия с KCl примерно на 20 % больше, чем для покрытия с NaCl. Это может свидетельствовать о том,





**Рис. 3.** Термограмма после отжига микросеток с никелевым покрытием, полученным из чистого электролита, в кислороде.

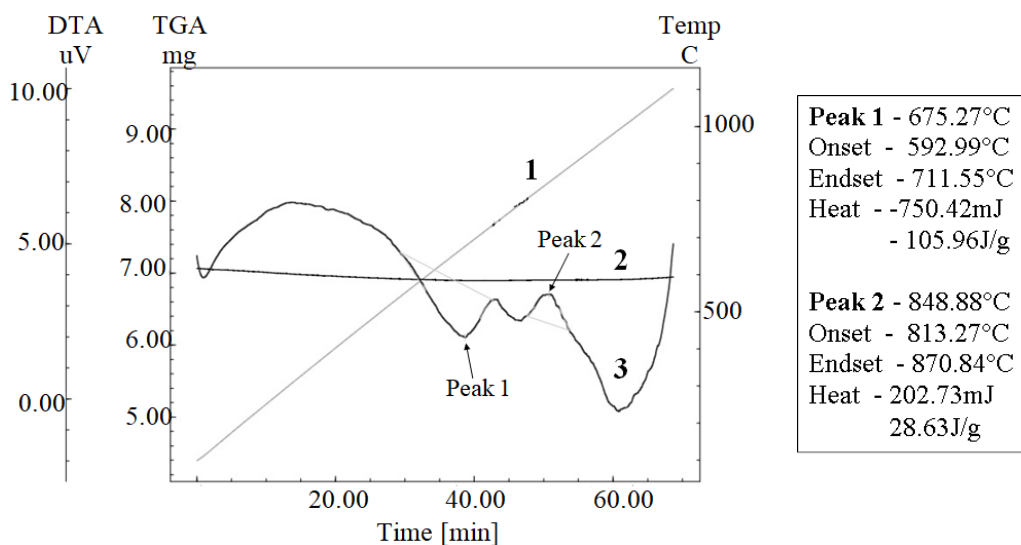
1 – график изменения температуры в камере прибора;

2 – график изменения массы исследуемых образцов в процессе нагревания; 3 – кривая ДТА

**Fig. 3.** Thermogram after annealing of microgrids with a nickel coating produced from the pure electrolyte in oxygen.

1 – graph of temperature changes in the device chamber;

2 – graph of changes in the mass of the studied samples during the heating process; 3 – DTA curve



**Рис. 4.** Термограмма после отжига микросеток с никелевым покрытием, полученным с добавлением хлорида натрия, в кислороде.

1 – график изменения температуры в камере прибора;

2 – график изменения массы исследуемых образцов в процессе нагревания; 3 – кривая ДТА

**Fig. 4.** Thermogram after annealing of microgrids with a nickel coating produced with the addition of sodium chloride in oxygen.

1 – graph of temperature changes in the device chamber;

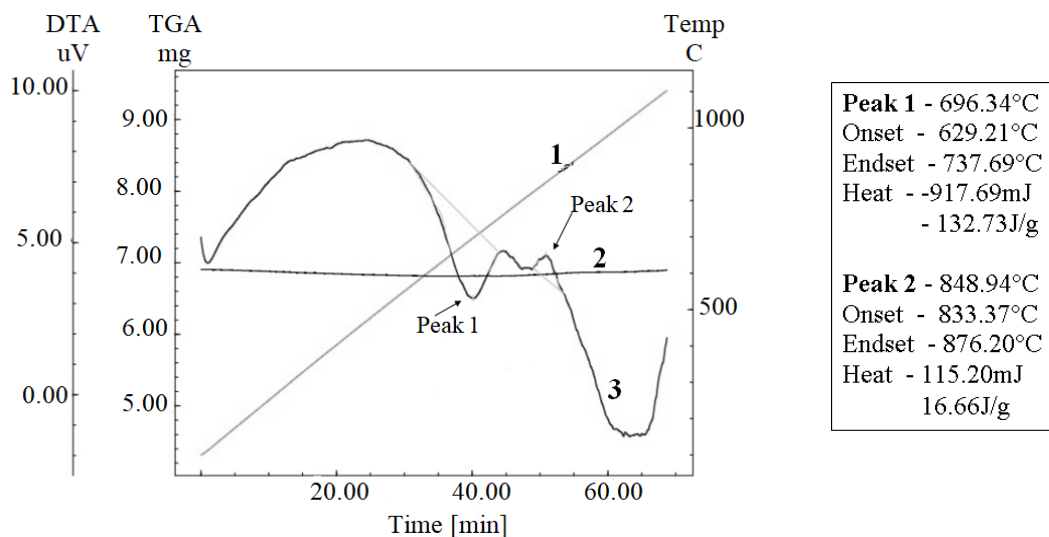
2 – graph of changes in the mass of the studied samples during the heating process; 3 – DTA curve

что структурные изменения в этих образцах происходят более интенсивно, что может быть связано с размерными особенностями кристаллов (рис. 2).

Следующие пики (рис. 3, 4) мы связываем с фазовыми превращениями, которые произошли при окислении никеля в кислороде. Согласно справочным данным, за-

метное окисление никеля в кислородосодержащей среде наблюдается при температурах выше 700–800 °С. Появление экзотермических пиков на термограммах образцов наблюдается в аналогичном интервале температур.

Рентгенофазовые исследования образцов показали, что при нагревании никеля в кислороде его поверхность



**Рис. 5.** Термограмма после отжига микросеток с никелевым покрытием, полученным с добавлением хлорида калия, в кислороде.

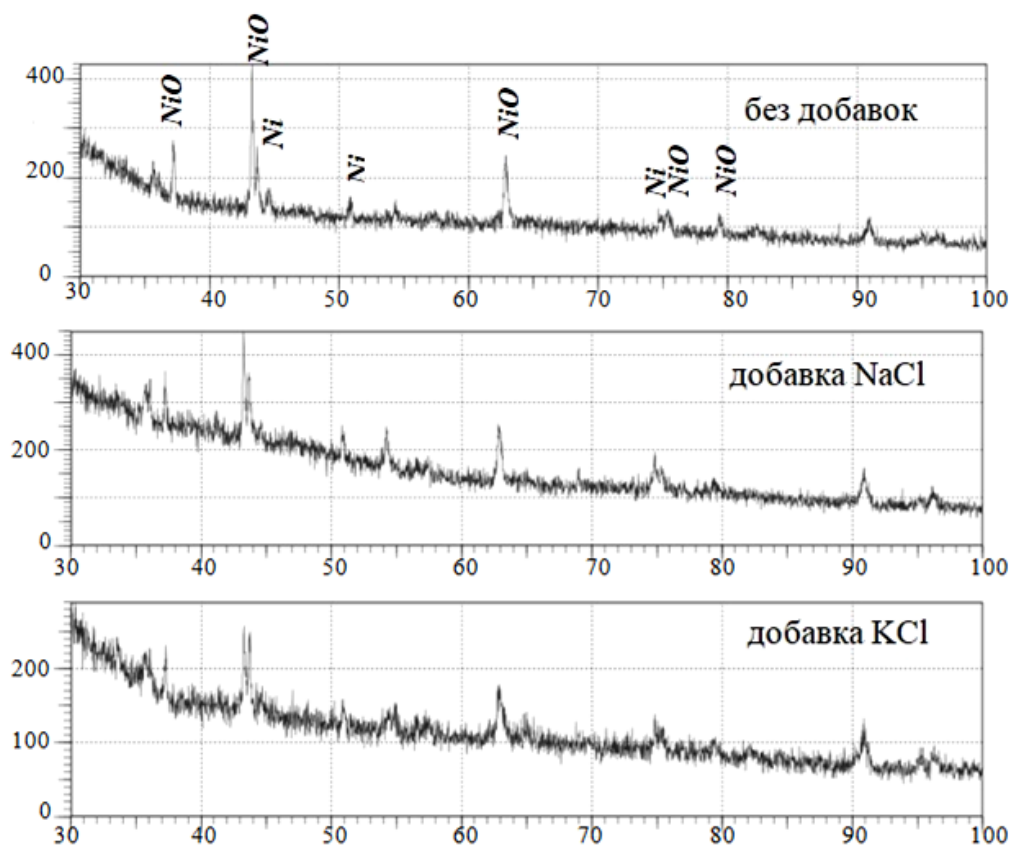
1 – график изменения температуры в камере прибора;

2 – график изменения массы исследуемых образцов в процессе нагревания; 3 – кривая ДТА

**Fig. 5.** Thermogram after annealing of microgrids with a nickel coating produced with the addition of potassium chloride in oxygen.

1 – graph of temperature changes in the device chamber;

2 – graph of changes in the mass of the studied samples during the heating process; 3 – DTA curve



**Рис. 6.** Рентгенограммы никелевых покрытий после дифференциально-термического анализа

**Fig. 6.** X-ray patterns of nickel coatings after differential thermal analysis

окисляется. Однако у контрольного покрытия окисление происходит постепенно и более интенсивно на всем интервале температур.

Еще в середине XX века была исследована адсорбция кислорода на пленках никеля и других металлов. Было сделано открытие, что хемосорбция на разных кристаллографических поверхностях протекает с различной степенью интенсивности [22]. Более поздние работы [23] подтвердили эту специфичность в отношении скорости протекания реакции. Все это позволяет предположить, что уменьшение интенсивности окисления на исследуемых покрытиях может быть связано именно с наличием преимущественного развития определенных кристаллографических граней у кристаллов. Это обуславливает изменение характера взаимодействия никеля с кислородом и, как следствие, изменение скорости окислительной реакции.

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Изменять габитус растущих кристаллов в покрытии и контролировать их размеры можно не только подбором режима электроосаждения, но и путем введения в электролит различных ингибирующих добавок.

Дифференциально-термический анализ поведения образцов с добавками в кислороде показал наличие двух ярко выраженных пиков. Первый из них мы связываем с рекристаллизацией никеля и релаксацией больших упругих напряжений, обусловленных высокой концентрацией ростовых дефектов в покрытии. Второй пик мы связываем с избирательной хемосорбцией, в результате чего окисление никеля (в очень узком интервале температур) сначала происходило с большой скоростью (произошло резкое изменение энтальпии), затем сильно замедлилось. Это привело к тому, что интенсивность окисления никеля на исследуемых образцах оказалась существенно меньше.

Анализ экспериментальных данных позволил сделать вывод о том, что электроосажденные никелевые покрытия, состоящие из кристаллов в виде микро- и наноконусов, обладают (по сравнению с контрольным покрытием) пониженной терморекционной способностью даже при нагревании до 1100 °С, что открывает дополнительные возможности применения таких покрытий, например в качестве катализаторов, работающих при высоких температурах.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Линник А.И., Прудников А.М., Шалаев Р.В., Варюхин В.Н., Костыря С.А., Бурховецкий В.В. Синтез и магнитные свойства наноклонарных пленок никеля, осажденных в аргон-азотной атмосфере // Письма в журнал технической физики. 2012. Т. 38. № 11. С. 5–13. EDN: [RCVSKV](#).
2. Hang Tao, Li Ming, Fei Qin, Mao Dalí. Characterization of nickel nanocones routed by electrodeposition without any template // Nanotechnology. 2008. Vol. 19. Article number 035201. DOI: [10.1088/0957-4484/19/03/035201](#).
3. Rahimi E., Davoodi A., Kiani Rashid A.R. Characterization of screw dislocation-driven growth in nickel micro-nanostructure electrodeposition process by AFM // Materials Letters. 2017. Vol. 210. P. 341–344. DOI: [10.1016/j.matlet.2017.09.057](#).
4. Останин Н.И., Трофимов А.А., Останина Т.Н., Шнайдер Е.А. Электроосаждение никелевых покрытий с развитой поверхностью в диффузионном режиме // Фундаментальные исследования. 2017. № 5. С. 61–65. EDN: [YRPIEV](#).
5. Hang Tao, Ling Huiqin, Hu Anmin, Li Ming. Growth Mechanism and Field Emission Properties of Nickel Nanocones Array Fabricated by One-Step Electrodeposition // Journal of The Electrochemical Society. 2010. Vol. 157. № 12. P. 624–627. DOI: [10.1149/1.3499352](#).
6. Lee Jae Min, Jung Kyung Kuk, Lee Sung Ho, Ko Jong Soo. One-step fabrication of nickel nanocones by electrodeposition using CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O as capping reagent // Applied Surface Science. 2016. Vol. 369. P. 163–169. DOI: [10.1016/j.apsusc.2016.02.006](#).
7. Yao Chen-zhong, Wei Bo-hui, Meng Li-xin, Hu Xiaohua, Yao Ji-huan, Cui Ke-yong. Template-Free Electrochemical Deposition and Characterization of Ni Nano/Microrod Arrays // Journal of the Electrochemical Society. 2012. Vol. 159. № 7. P. 425–430. DOI: [10.1149/2.027207jes](#).
8. Матвеева Н.С., Грызунова Н.Н., Ясников И.С. Особенности формирования пентагональных микрорекристаллов никеля в сплошных электроосажденных покрытиях при избирательном ингибировании роста их отдельных граней // Физика твердого тела. 2022. Т. 63. № 12. С. 2178–2184. DOI: [10.21883/FTT.2021.12.51681.168](#).
9. Lee Jae Min, Jung Kyung Kuk, Ko Jong Soo. Effect of NaCl in a nickel electrodeposition on the formation of nickel nanostructure // Journal of Materials Science. 2015. Vol. 51. P. 3036–3044. DOI: [10.1007/s10853-015-9614-8](#).
10. Salehikahrizsangi P., Raeissi K., Karimzadeh F., Calabrese L., Patane S., Proverbio E. Erosion-corrosion behavior of highly hydrophobic hierarchical nickel coatings // Colloids and surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. 2018. Vol. 558. P. 446–454. DOI: [10.1016/j.colsurfa.2018.09.003](#).
11. Xiang Tengfei, Chen Depeng, Lv Zhong, Yang Zhiyan, Yang Ling, Li Cheng. Robust superhydrophobic coating with superior corrosion resistance // Journal of Alloys and Compounds. 2019. Vol. 798. P. 320–325. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.05.187](#).
12. Gao Shuwen, Sui Yanwei, Wei Fuxiang, Qi Jiqiu, Meng Qingkun, Ren Yaojian, He Yezeng. Dandelion-like nickel/cobalt metal-organic framework based electrode materials for high performance supercapacitors // Journal of Colloid and Interface Science. 2018. Vol. 531. P. 83–90. DOI: [10.1016/j.jcis.2018.07.044](#).
13. Hang Tao, Nara H., Yokoshima T., Momma T., Osaka T. Silicon composite thick film electrodeposited on a nickel micro-nanocones hierarchical structured current collector for lithium batteries // Journal of Power Sources. 2013. Vol. 222. P. 503–509. DOI: [10.1016/j.jpowsour.2012.09.008](#).
14. Navas D., Hernández-Vélez M., Vázquez M. Ordered Ni nanohole arrays with engineered geometrical aspects and magnetic anisotropy // Applied Physics Letters. 2007. Vol. 90. Article number 192501. DOI: [10.1063/1.2737373](#).

15. Peugeot A., Creissen Ch.E., Karapinar D., Tran H.N., Schreiber M., Fontecave M. Benchmarking of oxygen evolution catalysts on porous nickel supports // *Joule*. 2021. Vol. 5. № 5. P. 1281–1300. DOI: [10.1016/j.joule.2021.03.022](https://doi.org/10.1016/j.joule.2021.03.022).
16. Kim J.H., Hansora D., Sharma P., Jang Ji-Wook, Lee Jae Sung. Toward practical solar hydrogen production – an artificial photosynthetic leaf-to-farm challenge // *Chemical Society Reviews*. 2019. Vol. 48. P. 1908–1971. DOI: [10.1039/c8cs00699g](https://doi.org/10.1039/c8cs00699g).
17. Kim Tae-Woo, Lee Eun-Han, Byun Segi, Seo Doo-Won, Hwang Hyo-Jung, Yoon Hyung-Chul, Kim Hansung, Ryi Shin-Kun. Highly selective Pd composite membrane on porous metal support for high-purity hydrogen production through effective ammonia decomposition // *Energy*. 2022. Vol. 260. Article number 125209. DOI: [10.1016/j.energy.2022.125209](https://doi.org/10.1016/j.energy.2022.125209).
18. Boldyrev V.V. *The Control of the Reactivity of Solids*. Amsterdam: Elsevier scientific publishing company, 1979. 226 p.
19. Zou Ruiqing, Xiang Saidi, Wang Jian, Li Yuhe, Gu Lin, Wang Yanyan. Dialectical Observation of Controllable Electrodeposited Ni Nanocones: the Unification of Local Disorder and Overall Order // *Nanoscale Research Letters*. 2020. Vol. 15. Article number 91. DOI: [10.1186/s11671-020-03321-0](https://doi.org/10.1186/s11671-020-03321-0).
20. Ясников И.С., Грызунова Н.Н. О причинах формирования и стабильности однокомпонентных микрокристаллов электролитического происхождения с фуллеренподобным габитусом усеченного икосаэдра // Письма в журнал экспериментальной и теоретической физики. 2021. Т. 114. № 5-6. С. 284–288. DOI: [10.31857/S1234567821170080](https://doi.org/10.31857/S1234567821170080).
21. Викарчук А.А., Грызунова Н.Н., Боргардт Т.А. Эволюция икосаэдрических частиц меди в процессе их роста при электрокристаллизации // Письма о материалах. 2019. Т. 9. № 1. С. 124–129. DOI: [10.22226/2410-3535-2019-1-124-129](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-1-124-129).
22. Ашмор П. Катализ и ингибирование химических реакций. М.: Мир, 1966. 507 с.
23. Гадияк Г.В., Мороков Ю.Н., Томашек М. Расчет методом ППДП/2 хемосорбции некоторых газов на гранях (111) и (100) никеля // Журнал физической химии. 1983. Т. 57. № 2. С. 370–376.
4. Ostanin N.I., Trofimov A.A., Ostanina T.N., Shnyder E.A. Electrodeposition of nickel coatings with developed surface in the diffusive regime. *Fundamental research*, 2017, no. 5, pp. 61–65. EDN: [YRPIEV](https://doi.org/10.1016/j.fundres.2017.05.001).
5. Hang Tao, Ling Huiqin, Hu Anmin, Li Ming. Growth Mechanism and Field Emission Properties of Nickel Nanocones Array Fabricated by One-Step Electrodeposition. *Journal of The Electrochemical Society*, 2010, vol. 157, no. 12, pp. 624–627. DOI: [10.1149/1.3499352](https://doi.org/10.1149/1.3499352).
6. Lee Jae Min, Jung Kyung Kuk, Lee Sung Ho, Ko Jong Soo. One-step fabrication of nickel nanocones by electrodeposition using CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O as capping reagent. *Applied Surface Science*, 2016, vol. 369, pp. 163–169. DOI: [10.1016/j.apsusc.2016.02.006](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2016.02.006).
7. Yao Chen-zhong, Wei Bo-hui, Meng Li-xin, Hu Xiaohua, Yao Ji-huan, Cui Ke-yong. Template-Free Electrochemical Deposition and Characterization of Ni Nano/Microrod Arrays. *Journal of the Electrochemical Society*, 2012, vol. 159, no. 7, pp. 425–430. DOI: [10.1149/2.027207jes](https://doi.org/10.1149/2.027207jes).
8. Matveeva N.S., Gryzunova N.N., Yasnikov I.S. Formation of pentagonal nickel microcrystals in continuous electrodeposited coatings with a selective inhibition of the growth of their individual facets. *Physics of the Solid State*, 2022, pp. 64–70. DOI: [10.21883/FTT.2021.12.51681.168](https://doi.org/10.21883/FTT.2021.12.51681.168).
9. Lee Jae Min, Jung Kyung Kuk, Ko Jong Soo. Effect of NaCl in a nickel electrodeposition on the formation of nickel nanostructure. *Journal of Materials Science*, 2015, vol. 51, pp. 3036–3044. DOI: [10.1007/s10853-015-9614-8](https://doi.org/10.1007/s10853-015-9614-8).
10. Salehikahrizsangi P., Raecissi K., Karimzadeh F., Calabrese L., Patane S., Proverbio E. Erosion-corrosion behavior of highly hydrophobic hierarchical nickel coatings. *Colloids and surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2018, vol. 558, pp. 446–454. DOI: [10.1016/j.colsurfa.2018.09.003](https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.09.003).
11. Xiang Tengfei, Chen Depeng, Lv Zhong, Yang Zhiyan, Yang Ling, Li Cheng. Robust superhydrophobic coating with superior corrosion resistance. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 798, pp. 320–325. DOI: [10.1016/j.jallcom.2019.05.187](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.05.187).
12. Gao Shuwen, Sui Yanwei, Wei Fuxiang, Qi Jiqu, Meng Qingkun, Ren Yaojian, He Yezeng. Dandelion-like nickel/cobalt metal-organic framework based electrode materials for high performance supercapacitors. *Journal of Colloid and Interface Science*, 2018, vol. 531, pp. 83–90. DOI: [10.1016/j.jcis.2018.07.044](https://doi.org/10.1016/j.jcis.2018.07.044).
13. Hang Tao, Nara H., Yokoshima T., Momma T., Osaka T. Silicon composite thick film electrodeposited on a nickel micro-nanocones hierarchical structured current collector for lithium batteries. *Journal of Power Sources*, 2013, vol. 222, pp. 503–509. DOI: [10.1016/j.jpowsour.2012.09.008](https://doi.org/10.1016/j.jpowsour.2012.09.008).
14. Navas D., Hernández-Vélez M., Vázquez M. Ordered Ni nanohole arrays with engineered geometrical aspects and magnetic anisotropy. *Applied Physics Letters*, 2007, vol. 90, article number 192501. DOI: [10.1063/1.2737373](https://doi.org/10.1063/1.2737373).
15. Peugeot A., Creissen Ch.E., Karapinar D., Tran H.N., Schreiber M., Fontecave M. Benchmarking of oxygen evolution catalysts on porous nickel supports.

## REFERENCES

1. Linnik A.I., Prudnikov A.M., Shalaev R.V., Varyukhin V.N., Kostyrya S.A., Burkhovetskiy V.V. Synthesis and magnetic properties of nanocolumnar nickel films deposited in argon-nitrogen atmosphere. *Technical physics letters*, 2012, vol. 38, no. 6, pp. 499–502. EDN: [RCVSKV](https://doi.org/10.1016/j.tpl.2012.06.001).
2. Hang Tao, Li Ming, Fei Qin, Mao Dali. Characterization of nickel nanocones routed by electrodeposition without any template. *Nanotechnology*, 2008, vol. 19, article number 035201. DOI: [10.1088/0957-4484/19/03/035201](https://doi.org/10.1088/0957-4484/19/03/035201).
3. Rahimi E., Davoodi A., Kiani Rashid A.R. Characterization of screw dislocation-driven growth in nickel micro-nanostructure electrodeposition process by AFM. *Materials Letters*, 2017, vol. 210, pp. 341–344. DOI: [10.1016/j.matlet.2017.09.057](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2017.09.057).



- Joule*, 2021, vol. 5, no. 5, pp. 1281–1300. DOI: [10.1016/j.joule.2021.03.022](https://doi.org/10.1016/j.joule.2021.03.022).
16. Kim J.H., Hansora D., Sharma P., Jang Ji-Wook, Lee Jae Sung. Toward practical solar hydrogen production – an artificial photosynthetic leaf-to-farm challenge. *Chemical Society Reviews*, 2019, vol. 48, pp. 1908–1971. DOI: [10.1039/c8cs00699g](https://doi.org/10.1039/c8cs00699g).
  17. Kim Tae-Woo, Lee Eun-Han, Byun Segi, Seo Doo-Won, Hwang Hyo-Jung, Yoon Hyung-Chul, Kim Han-sung, Ryi Shin-Kun. Highly selective Pd composite membrane on porous metal support for high-purity hydrogen production through effective ammonia decomposition. *Energy*, 2022, vol. 260, article number 125209. DOI: [10.1016/j.energy.2022.125209](https://doi.org/10.1016/j.energy.2022.125209).
  18. Boldyrev V.V. *The Control of the Reactivity of Solids*. Amsterdam, Elsevier scientific publishing company Publ., 1979. 226 p.
  19. Zou Ruiqing, Xiang Saidi, Wang Jian, Li Yuhe, Gu Lin, Wang Yanyan. Dialectical Observation of Controllable Electrodeposited Ni Nanocones: the Unification of Local Disorder and Overall Order. *Nanoscale Research Letters*, 2020, vol. 15, article number 91. DOI: [10.1186/s11671-020-03321-0](https://doi.org/10.1186/s11671-020-03321-0).
  20. Yasnikov I.S., Gryzunova N.N. On the reasons for the formation and stability of single-component microcrystals of electrolytic origin with fullerene-like truncated icosahedral habit. *JETP Letters*, 2021, vol. 114, no. 5, pp. 284–288. DOI: [10.31857/S1234567821170080](https://doi.org/10.31857/S1234567821170080).
  21. Vikarchuk A.A., Gryzunova N.N., Borgardt T.A. Evolution of icosahedral copper particles in the process of their growth during electrocrystallization. *Letters on materials*, 2019, vol. 9, no. 1, pp. 124–129. DOI: [10.22226/2410-3535-2019-1-124-129](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2019-1-124-129).
  22. Ashmor P. *Kataliz i ingibirovanie khimicheskikh reaktsiy* [Catalysis and inhibition of chemical reactions]. Moscow, Mir Publ., 1966. 507 p.
  23. Gadiyak G.V., Morokov Yu.N., Tomashek M. Calculation by the CNDO/2 method of chemisorption of some gases on the (111) and (100) faces of nickel. *Russian Journal of Physical Chemistry*, 1983, vol. 57, no. 2, pp. 221–224.

## Features of thermoreactivity of electrolytic nickel coatings with different surface morphologies

© 2024

*Nadezhda S. Matveeva*, postgraduate student

*Natalya N. Gryzunova*\*<sup>1</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, professor of Chair “Nanotechnology, Materials Science and Mechanics”

*Togliatti State University, Togliatti (Russia)*

\*E-mail: [gryzunova@tltu.ru](mailto:gryzunova@tltu.ru)

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-2802-9537>

Received 21.06.2023

Accepted 07.12.2023

**Abstract:** Nickel coatings consisting of oriented structures have unique catalytic properties. However, the temperature range for the use of such coatings is not determined, and a comprehensive study of their thermal properties in aggressive environments is required. This work studied the influence of the characteristics of the habit of nickel crystals on their reactivity with increasing temperature (thermoreactivity). The authors studied nickel coatings produced by electrodeposition with the addition of inhibitory additives, in the form of alkali metal chlorides to the electrolyte. Differential thermal analysis was used to study the reactivity of coatings in temperature fields. Oxygen was used as an aggressive medium. The phase composition of the samples after heating was determined, using a powder X-ray diffractometer. The introduced additives in the form of alkali metal chlorides allowed forming coatings consisting of crystals of a cone-shaped habit. It was found that the introduction of additives, in the form of alkali metal salts into the electrolyte, makes it possible to change the habit of nickel crystals, and increase the surface area of the coating by approximately 10–15 %. The study showed that electrodeposited nickel coatings, consisting of crystals in the form of micro- and nanocones, have (compared to the control coating) a reduced thermoreactivity. Experimental data allowed concluding that a decrease in the intensity of oxidation on the coatings under study, may be associated with the presence of a preferential development of certain crystallographic faces of the crystals, which causes a change in the nature of the nickel-oxygen interaction, and as a consequence, a change in the oxidation intensity.

**Keywords:** nickel coatings; nickel electrodeposition; cone-shaped crystals; thermoreactivity.

**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:** Matveeva N.S., Gryzunova N.N. Features of thermoreactivity of electrolytic nickel coatings with different surface morphologies. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 67–75. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-2-68-6](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-2-68-6).

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

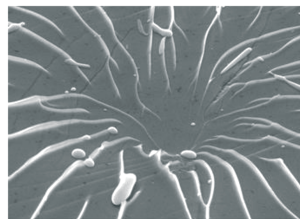
ШФМ знаменита еще и замечательными капустниками, которые организуются силами самих ее участников – людей, талантливых во всех отношениях.

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*

# Влияние добавок Си на микроструктуру и свойства сплавов системы Al–Fe, полученных методом литья в электромагнитный кристаллизатор

© 2024

*Медведев Андрей Евгеньевич*<sup>\*1</sup>, кандидат физико-математических наук, младший научный сотрудник*Жукова Ольга Олеговна*<sup>2</sup>, аспирант*Шайхулова Айгуль Фазировна*<sup>3</sup>, кандидат технических наук, доцент, старший научный сотрудник*Мурашкин Максим Юрьевич*<sup>4</sup>, кандидат технических наук, старший научный сотрудник

Уфимский университет науки и технологий, Уфа (Россия)

\*E-mail: medvedevae@uust.ru,  
medvedevandreyrf@gmail.com

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8616-0042><sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1879-9389><sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3340-3880><sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9950-0336>

Поступила в редакцию 26.06.2023

Принята к публикации 14.02.2024

**Аннотация:** Современная электротехническая промышленность требует дешевых и легко воспроизводимых алюминиевых сплавов – материалов с повышенной механической прочностью и электропроводностью. В работе исследовано влияние малых (до 0,3 мас. %) добавок меди на микроструктуру и физико-механические свойства, а также фазовые трансформации в сплавах системы Al–Fe с содержанием железа 0,5 и 1,7 мас. %, полученных методом непрерывного литья в электромагнитный кристаллизатор. Были получены сплавы указанных выше химических составов, впоследствии отожженные при 450 °С в течение 2 ч. Во всех состояниях были изучены микроструктура (с помощью РЭМ), предел текучести, предел прочности при растяжении, удлинение до разрушения и электропроводность. Показано, что добавки меди приводят к увеличению прочности обоих сплавов и некоторому снижению их пластичности по сравнению с аналогичными материалами без меди. Повышение прочности и снижение пластичности за счет добавки меди связано с образованием более дисперсных интерметаллидных частиц в медьсодержащих сплавах системы Al–Fe. Дополнительный сфероидизирующий отжиг приводит к уменьшению протяженности межфазной границы между алюминиевой матрицей и частицами алюминидов железа за счет изменения их морфологии, что ведет к увеличению электропроводности. В целом медьсодержащие сплавы показали более высокую механическую прочность при меньшей электропроводности, а также повышенную термическую стабильность.

**Ключевые слова:** Al; Al–Fe–Cu; литье в электромагнитный кристаллизатор; фазовые превращения; механические свойства; электрическая проводимость; термическая стабильность.

**Благодарности:** Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 20-79-10133, <https://rscf.ru/project/20-79-10133/>.

Исследовательская часть работы выполнена на оборудовании ЦКП «Нанотех» Уфимского университета науки и технологий. Авторы выражают благодарность профессору В.Н. Тимофееву (Сибирский федеральный университет) за предоставленный материал исследования.

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

**Для цитирования:** Медведев А.Е., Жукова О.О., Шайхулова А.Ф., Мурашкин М.Ю. Влияние добавок Си на микроструктуру и свойства сплавов системы Al–Fe, полученных методом литья в электромагнитный кристаллизатор // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 77–85. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-7.

## ВВЕДЕНИЕ

Сегодня основными потребителями алюминиевых сплавов являются высокотехнологичные отрасли экономики, такие как локомотивостроение, вагоно- и судостроение, аэрокосмическая, автомобильная, электротехническая промышленность, строительство и производство линий электропередачи [1]. Современные тенденции в металлургии и материаловедении заключаются в необходимости снижения веса, металлоемкости и повышения эффективности использования материалов. Эти тенденции во многом определяются разработкой новых материалов с необходимыми эксплуатационными характеристиками и внедрением технологий их производства.

Благодаря своим отличительным эксплуатационным характеристикам и техническим свойствам, алюминиевые сплавы выделяются среди других металлических материалов конструкционного и электротехнического назначения. Алюминий и его сплавы применяются в электротехнике и обычно производятся в виде катанки/провода, получаемой методами комбинированного литья и прокатки, литья, прокатки и прессования с последующей прокаткой или волочением [2; 3]. Однако, несмотря на относительно высокий уровень электропроводности (52–62 % IACS), их прочность и жаростойкость достаточно низки [4], что осложняется еще и тем, что повышение прочности и повышение электропроводности в Al сплавах обычно исключают друг друга [5]. В связи с этим современные исследования

направлены на поиск новых сплавов и технологий производства, которые позволят более эффективно использовать алюминий как с точки зрения физико-механических свойств, так и с финансовой точки зрения.

Шагом к более широкому применению алюминия стало внедрение алюминиевых сплавов системы Al-Fe таких марок, как 8030 и 8176, из которых изготавливают проводники сечением от 2 до 10 мм<sup>1</sup>. Эти сплавы обладают большей прочностью, чем чистый алюминий, например, марки 1350, хорошей пластичностью и приемлемым уровнем пожаробезопасности. Улучшение физико-механических свойств сплавов системы Al-Fe достигнуто путем введения Fe (в диапазоне 0,4–1,0 мас. %) в состав алюминия [6; 7], а также небольших добавок Cu (до 0,3 мас. %) [8]. Присутствие Fe обеспечило повышение прочности сплава после его термообработки (отжига). Небольшие добавки Cu также улучшают прочностные характеристики проводников на основе Al-Fe сплавов. Однако ряд физических и технико-эксплуатационных показателей ограничивают применение таких проводников, побуждая исследователей искать дальнейшие пути повышения прочности и термической стабильности сплавов системы Al-Fe без потери их электропроводности.

В последние десятилетия уделяется внимание формированию наноструктурированных, нанофазосодержащих и ультрамелкозернистых структур в полуфабрикатах и изделиях из алюминиевых сплавов, что позволяет существенно улучшить комплекс физико-механических, а также функциональных и эксплуатационных характеристик [9; 10]. Кроме того, совершенствуются и развиваются традиционные методы получения и обработки сплавов на основе алюминия.

Одним из перспективных методов производства катушки и проволоки из алюминиевых сплавов электро-технического назначения является непрерывное литье в электромагнитный кристаллизатор (ЭМК), известное также как литье в электромагнитные формы. Использование ЭМК позволяет обеспечить уникальные физико-механические свойства проволоки за счет достижения чрезвычайно высоких скоростей охлаждения ( $10^3$ – $10^4$  K/c), обеспечивая уникальную структуру и свойства сплава (высокие прочность и электропроводность), как это было показано на примере сплавов Al-Zr [11] и Al-Ca-Fe-Si [12].

В данной работе приведены результаты исследований, которые являются продолжением работ группы ученых Уфимского университета науки и технологий, направленных на создание новых материалов электро-технического назначения на основе Al сплавов, полученных методом литья в ЭМК. В [13] был изготовлен сплав Al-La-Ce, а затем подвергнут кручению под высоким давлением (КВД). Показано, что КВД приводит не только к измельчению зерна, но и к образованию твердого раствора La и Ce в Al, хотя считается, что эта система имеет нулевую растворимость легирующих элементов. В [14] были проведены исследования, посвященные системе Al-Fe, показавшие, что Al-Fe сплавы, полученные методом ЭМК, имеют тенденцию

к обладанию более высокой механической прочностью и более мелким размером зерна по сравнению со сплавами, полученными традиционными методами. Литье в ЭМК также приводило к образованию метастабильной фазы Al<sub>2</sub>Fe, обычно не присутствующей в сплавах системы Al-Fe [15]. В качестве материалов исследования использовались сплавы Al-0,5Fe и Al-1,7Fe (мас. %), полученные литьем в ЭМК, дополнительно легированные 0,3 мас. % Cu (далее Al-0,5Fe-0,3Cu и Al-1,7Fe-0,3Cu соответственно).

На основании предыдущих исследований был проведен отжиг исследуемых материалов. В [16; 17] показано, что отжиг в интервале 450–550 °C в Al сплавах с низкой несмешиваемостью легирующих элементов приводит к процессам коагуляции и сфероидизации интерметаллических частиц без фазовых превращений. Сфероидизация пластинчатых/пластинообразных интерметаллических частиц в сплавах системы Al-Fe, полученных литьем в ЭМК, сопровождается уменьшением площади межфазной поверхности и увеличением их электропроводности. Такая термообработка также приводит к повышению пластичности материала. Поскольку добавление Cu в сплав Al-Fe снижает пластичность сплава, можно проводить отжиг при 450 °C в качестве меры по увеличению пластичности.

Цель работы – установление влияния добавок меди и морфологии интерметаллических частиц на механические и электрические свойства сплавов Al-0,5Fe и Al-1,7Fe, полученных методом электромагнитного литья.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исходные прутки диаметром 11 мм и длиной более 2 м из сплавов системы Al-Fe с содержанием железа 0,5 и 1,7 мас. % и добавкой меди 0,3 мас. % были изготовлены методом непрерывного литья в ЭМК на экспериментальном лабораторном литейном оборудовании ООО «Научно-производственный центр магнитной гидродинамики» (Красноярск, Россия). Химический состав исследованных сплавов представлен в таблице 1.

Образцы для исследования были выполнены из алюминия марки А85 с добавкой лигатуры Fe80Al20 в пропорциях, подобранных с учетом необходимой концентрации железа. После достижения температуры расплава более 800 °C проводили непрерывное литье на установке ЭМК со скоростью 12,4 мм/с. Литые заготовки обрабатывались методом холодного волочения до диаметра 3 мм за 8 проходов.

Термическую обработку образцов проводили в атмосферной печи Nabertherm В 180 (Лилиенталь, Германия) при температуре 450 °C в течение 2 ч.

Сканирующую электронную микроскопию (СЭМ) проводили на микроскопе JEOL JSM-6490LV (Токио, Япония) при ускоряющем напряжении 15 кВ. Для обработки изображений и количественных измерений элементов микроструктуры (средний размер зерна, средний размер частиц вторых фаз) использовали программу ImageJ и пакет программ Grain Size.

Испытания на растяжение проводили трехкратно на аппарате Instron 5982 (Норвуд, США) при комнатной температуре и скорости деформации  $10^{-3}$  с<sup>-1</sup>. Для получения статистически надежных результатов было протестировано не менее трех образцов для каждого условия

<sup>1</sup> ГОСТ Р 58019-2017. Катушка из алюминиевых сплавов марок 8176 и 8030. Технические условия. М.: Стандартинформ, 2018. 20 с.

**Таблица 1.** Химический состав Al–Fe сплавов, мас. %  
**Table 1.** Chemical composition of Al–Fe alloys, wt. %

Сплав	Cu	Fe	Si	Σ (Mn, Cr, Zn)	Al
Al–0,5Fe–Cu	0,30	0,50	0,02	<0,01	99,04
Al–1,7Fe–Cu	0,30	1,85	0,00	<0,01	97,71
AA8176 (ASTM B800)	–	0,40–0,50	0,07	<0,03	Остальное
AA8030 (ASTM B800)	0,15–0,20	0,35–0,45	0,07	<0,03	Остальное

Примечание. Для сравнения приведен химический состав сплавов AA8176 и AA8030, в настоящее время используемых в качестве материала для электропроводников в России и за рубежом.

Note. For comparison shows the chemical composition of AA8176 and AA8030 alloys currently used as a material for electrical conductors both in Russia and abroad.

испытаний. Предел текучести ( $\sigma_{0,2}$ ), предел прочности на растяжение ( $\sigma_{UTS}$ ) и удлинение до разрушения ( $\delta$ ) были получены с использованием плоских образцов размерами 2,0×1,0×6,0 мм.

Электропроводность ( $\omega$ ) определяли с погрешностью  $\pm 2\%$  методом вихревых токов. Электропроводность относительно отожженной меди (Международный стандарт отожженной меди, % IACS) рассчитывали по уравнению

$$IACS = \frac{\omega_{Al}}{\omega_{Cu}} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где  $\omega_{Al}$  – измеренная электропроводность Al сплава;  
 $\omega_{Cu}$  – электропроводность отожженной химически чистой меди (58 МС/м).

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### Эволюция микроструктуры в результате термообработки

На рис. 1 представлена микроструктура заготовок сплавов Al–0,5Fe–0,3Cu и Al–1,7Fe–0,3Cu, полученных литьем в ЭМК. Анализ изображений, полученных методом СЭМ, показал, что алюминиевая матрица содержит включения интерметаллической фазы, образованной при кристаллизации. В сплаве Al–1,7Fe–0,3Cu частицы второй фазы образуют сплошную сетку с размером ячеек (2,1±0,3) мкм (рис. 1 b), а в сплаве Al–0,5Fe–0,3Cu интерметаллидная сетка имеет средний размер ячеек (5,7±0,9) мкм (рис. 1 a). Судя по размеру дендритных ячеек, скорость охлаждения во время кристаллизации заготовки составляла не менее 1000 °С/с. Детальное рассмотрение (рис. 1 c, 1 d) показывает, что в сплавах Al–0,5Fe–0,3Cu и Al–1,7Fe–0,3Cu интерметаллидная фаза кристаллизовалась в виде пластинок/игл толщиной до (0,6±1,0) мкм. Кроме того, интерметаллические частицы в медьсодержащих сплавах более фрагментированы, чем в сплавах без меди.

На рис. 2 представлена микроструктура сплавов Al–0,5Fe–0,3Cu и Al–1,7Fe–0,3Cu, полученных литьем

в ЭМК и путем дополнительного отжига при 450 °С в течение 2 ч. Количественный анализ показал, что отжиг не приводит к заметному изменению размеров дендритных клеток в обоих исследованных материалах. Однако в результате отжига частицы начали сфероидизироваться – в структуре обоих сплавов наблюдается изменение морфологии тонких пластинок/игл интерметаллической фазы – их сфероидизация.

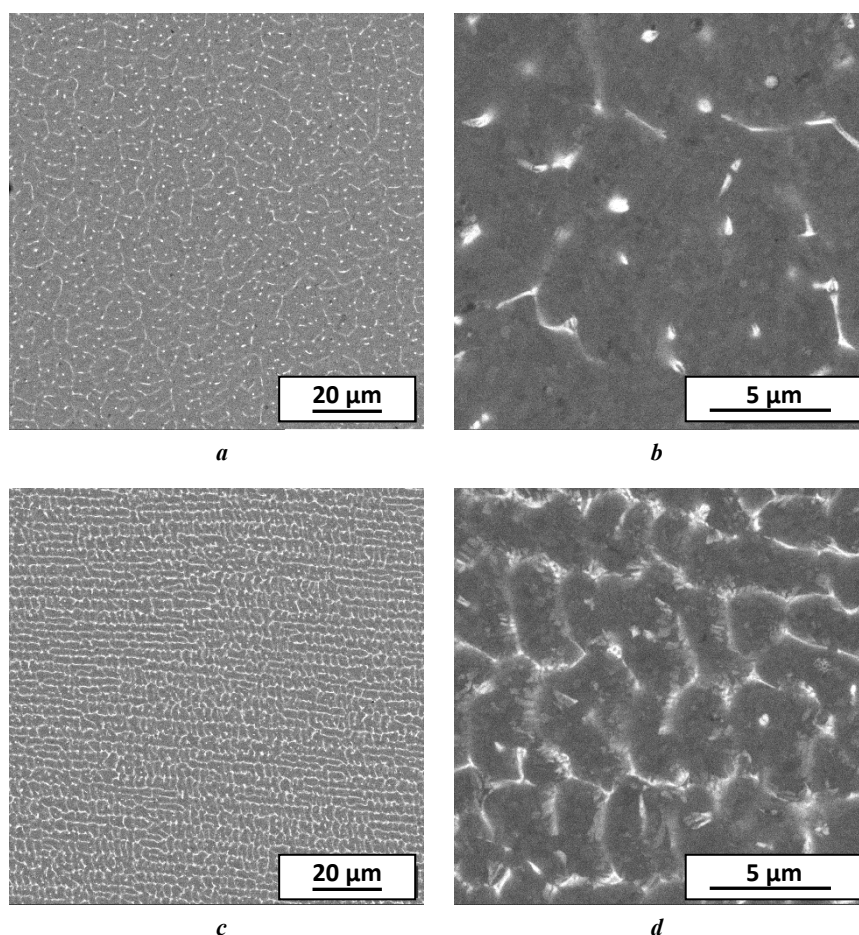
На рис. 3 представлена микроструктура сплавов Al–1,7Fe и Al–1,7Fe–0,3Cu после литья в ЭМК и дополнительного отжига при температуре 450 °С в течение 2 ч. Наличие меди в сплаве снижает склонность сплава к сфероидизации после отжига при температуре 450 °С: в сплавах Al–1,7Fe–0,3Cu частицы имеют более острые и менее гладкие края.

### Эволюция механических и электрических свойств в результате деформационной обработки

В таблице 2 представлены физико-механические свойства сплавов системы Al–Fe. В исходном состоянии предел прочности на растяжение сплава Al–0,5Fe–0,3Cu составляет (106±4) МПа, в сплаве Al–1,7Fe–0,3Cu  $\sigma_{ппр}$  составляет (174±11) МПа. С добавлением 0,3 мас. % Cu электропроводность сплава Al–0,5Fe снижается на 1,7 % IACS, а электропроводность сплава Al–1,7Fe – на 8,2 % IACS (1). Такое изменение электропроводности свидетельствует о том, что она в основном контролируется содержанием железа и, соответственно, долей частиц алюминидов железа в сплавах.

Сфероидизирующий отжиг, направленный на уменьшение длины межфазной границы в сплавах, привел к снижению прочности и повышению пластичности и электропроводности исследуемых материалов. Так, в сплаве Al–0,5Fe–0,3Cu пластичность и электропроводность после отжига при 450 °С в течение 2 ч увеличились с 33,7 до 37,8 % и с 56,1 до 60,9 % IACS соответственно, а предел прочности снизился со 106 до 100 МПа (в пределах значения погрешности). В то же время в результате аналогичного отжига повышается пластичность и электропроводность в сплаве Al–1,7Fe–0,3Cu с 23,3 до 23,6 % и с 41,4 до 55,9 % IACS соответственно, а предел прочности снижается со 175 до 150 МПа.





**Рис. 1.** Микроструктура сплавов, полученных литьем в электромагнитный кристаллизатор:  
*a, b* – Al-0,5Fe-0,3Cu; *c, d* – Al-1,7Fe-0,3Cu, РЭМ

**Fig. 1.** Microstructure of electromagnetically cast alloys: *a, b* – Al-0.5Fe-0.3Cu; *c, d* – Al-1.7Fe-0.3Cu, SEM

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

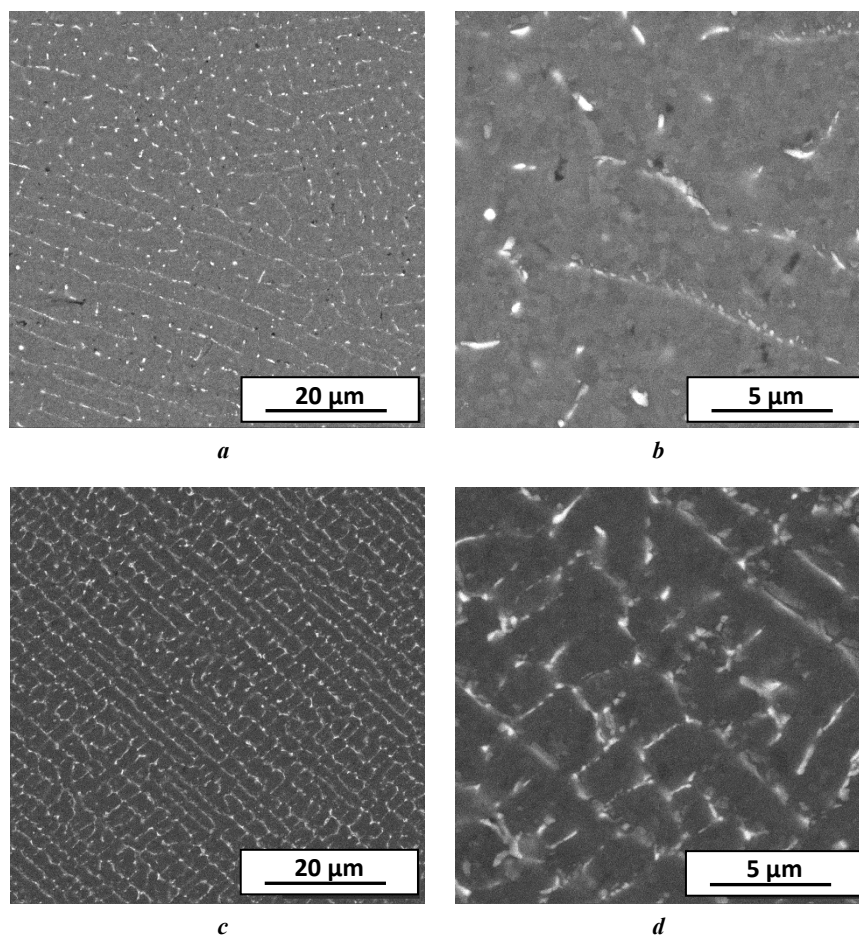
В данной работе обсуждается влияние легирования Си на микроструктуру и физико-механические свойства сплавов системы Al-Fe, полученных методом литья в ЭМК. Установлено, что введение 0,3 мас. % Си приводит к изменению морфологии интерметаллических частиц, образующихся при кристаллизации при скоростях выше  $10^3$  C/c. В сплавах без Си частицы образуют дендритные ячейки, кристаллизующиеся в виде длинных пластинок/игл с равномерно закругленными краями, а в медьсодержащих сплавах такие частицы имеют заметно меньшую длину, образуя «фрагментированные» кластеры. Скорее всего, шероховатая форма интерметаллических частиц формируется за счет метода литья, поскольку в [18] показано, что в аддитивно изготовленном сплаве Al-Cu-Fe интерметаллические частицы имеют гладкие закругленные края. Аналогичную разницу демонстрируют и другие методы производства [19; 20].

Добавление меди также увеличивает количество ядер интерметаллических частиц, уменьшая расстояние между ними, тем самым сокращая путь свободных дислокаций и увеличивая прочность сплава. Добавление 0,3 мас. % Си в сплавы с выбранным содержанием Fe приводит к увеличению предела прочности (с 90 до 106 МПа в сплаве Al-0,5Fe и со 150 до 174 МПа в сплаве Al-1,7Fe) и снижению электропроводности (с 57,8

до 56,1 % IACS в сплаве Al-0,5Fe и с 49,6 до 41,4 % IACS в сплаве Al-1,7Fe). Это изменение механической прочности и электропроводности чувствительно к содержанию Fe – величина разницы свойств пропорциональна содержанию железа. Таким образом, можно предположить, что медь не играет ведущей роли в изменении свойств исследованных сплавов.

Можно также отметить, что дополнительное легирование Си наряду с увеличением прочности (что, вероятно, связано с образованием в алюминии твердого раствора атомами меди) привело к незначительному снижению пластичности исследованных материалов.

Важно отметить, что добавление такого же количества меди в серийно выпускаемый сплав 8030 не приводит к аналогичному повышению его прочности по сравнению со сплавом 8176, в котором медь отсутствует (таблица 2). Скорее всего, отмеченная в данном исследовании разница в механической прочности обусловлена различием способов получения полуфабрикатов. Как отмечалось выше, в сплавах, полученных непрерывным литьем в ЭМК, проволоки/прутки/заготовки быстро охлаждаются, и поэтому в процессе кристаллизации большая часть меди остается в твердом растворе алюминия. В серийных полуфабрикатах, полученных методом непрерывного литья и прокатки [21], содержание меди в твердом растворе алюминия заметно ниже из-за

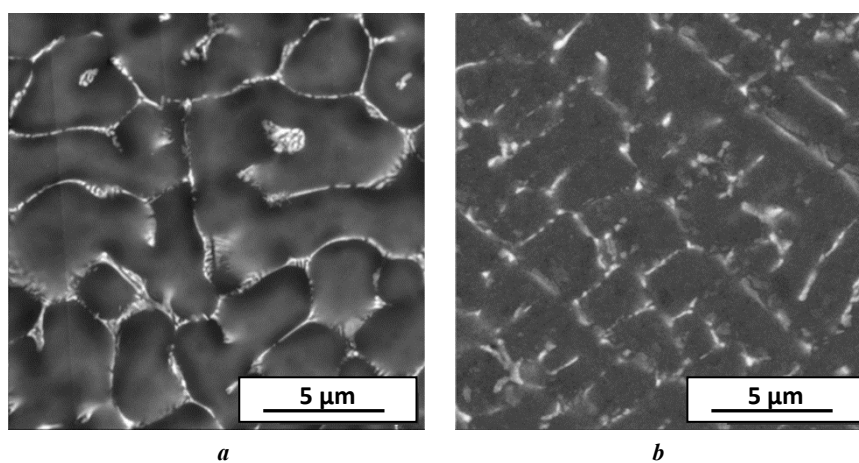


**Рис. 2.** Микроструктура сплавов после литья в электромагнитный кристаллизатор и дополнительного отжига при 450 °С, 2 ч:

**a, b** – Al-0,5Fe-0,3Cu; **c, d** – Al-1,7Fe-0,3Cu, РЭМ

**Fig. 2.** Microstructure of alloys after casting into electromagnetic crystallizer and additional annealing at 450 °C, 2 h:

**a, b** – Al-0.5Fe-0.3Cu; **c, d** – Al-1.7Fe-0.3Cu, SEM



**Рис. 3.** Микроструктура сплавов Al-1,7Fe (**a**) и Al-1,7Fe-0,3Cu (**b**)

после литья в электромагнитный кристаллизатор и дополнительного отжига при 450 °С, 2 ч (РЭМ)

**Fig. 3.** Microstructure of Al-1.7Fe (**a**) and Al-1.7Fe-0.3Cu (**b**) alloys

after casting in на electromagnetic crystallizer and additional annealing at 450 °C, 2 h (SEM)

Таблица 2. Физические и механические свойства сплавов системы Al–Fe  
Table 2. Physical and mechanical properties of alloys of the Al–Fe system

Сплав	Состояние	Электрические свойства		Механические свойства		
		$\omega$ , МС/м	IACS, %	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_{UTS}$ , МПа	$\delta$ , %
Al–0,5Fe–0,3Cu	ЭМК	32,54±0,21	56,1±0,4	72±8	106±4	33,7±6,5
	ЭМК + 450 °С, 2 ч	35,32±0,20	60,9±0,6	65±8	100±13	37,8±2,8
Al–1,7Fe–0,3Cu	ЭМК	24,01±0,16	41,4±0,3	113±9	174±11	23,6±2,1
	ЭМК + 450 °С, 2 ч	32,42±0,18	55,9±0,5	85±5	149±4	23,9±2,1
Al–0,5Fe [14]	ЭМК	29,83±0,19	57,8±0,5	35±3	90±7	32,5±3,4
	ЭМК + 450 °С, 2 ч	–	–	–	–	–
Al–1,7Fe [14]	ЭМК	28,77±0,21	49,6±0,6	60±6	150±11	28,8±2,1
	ЭМК + 450 °С, 2 ч	33,04±0,17	57,0±0,4	68±5	133±3	33,5±2,8
AA8176 (ASTM B800)	–	–	60,6	–	103–152	–
AL2 (EN 50183:2000)	–	–	52,5	–	315	–
AT2 (IEC 62641:2023)	–	–	55,0	–	225–248	–
8030 (ГОСТ Р 58019-2017)	–	–	60,0	–	115–140	12
8176 (ГОСТ Р 58019-2017)	–	–	60,0	–	115–140	12

меньшей скорости кристаллизации (на  $\sim 2$  порядка) и медленного охлаждения при последующей прокатке.

Природа интерметаллических частиц остается открытым вопросом. Считается, что железо имеет близкую к нулевой концентрацию твердого раствора в алюминии [22; 23], таким образом, в сплавах Al–Fe не должно присутствовать твердого раствора Fe, а все железо должно быть связано в интерметаллических частицах  $Al_xFe_y$ . Однако медь может образовывать твердый раствор в алюминии с концентрацией до 0,2 мас. % ( $\sim 0,1$  ат. %) в нормальном состоянии. Согласно диаграмме состояния тройной системы Al–Cu–Fe [24], при заданной концентрации интерметаллиды представлены фазами  $Al_{13}Fe_4$  и  $Al_7Cu_2Fe$ . Поскольку общее количество Cu в сплаве Al–0,5Fe–0,3Cu составляет 0,3 мас. % и даже может считаться примесью, было бы довольно сложно разделить упрочняющее влияние твердого раствора меди в алюминии и фазу  $Al_7Cu_2Fe$  с приемлемым допуском. Таким образом, в данном исследовании влияние добавок Cu рассматривается как синергетическое влияние всех медьсодержащих свойств.

Можно было бы с уверенностью предположить, что медь, по крайней мере в литом состоянии, присутствует как в твердом растворе, так и в интерметаллических частицах, а также в сегрегациях по границам зерен. Дополнительный сфероидизирующий отжиг показал, что дополнительное легирование медью делает сплавы системы Al–Fe, полученные литьем в ЭМК, более чувствительными к изменению прочности и, как следствие, электропроводности, причем этот эффект усиливается с увеличением содержания Fe в алюминии. По сравне-

нию со сплавом Al–1,7Fe сплав Al–1,7Fe–0,3Cu демонстрирует лучшую термическую стабильность – он теряет механическую прочность до меньшей величины. Природу этого эффекта еще предстоит изучить.

Отжиг при 450 °С в течение 2 ч медьсодержащих сплавов Al–0,5Fe–0,3Cu и Al–1,7Fe–0,3Cu показал результат, аналогичный наблюдавшемуся ранее [14]. Коагуляция частиц, произошедшая в процессе термообработки, привела к сглаживанию острых краев частиц, в результате чего снизилась вероятность растрескивания образцов при деформации.

За счет использования ЭМК можно получить более выраженный эффект влияния меди на морфологию фаз и свойства полуфабрикатов по сравнению с теми, что получены традиционными методами. Было бы интересно узнать, переносится ли данный эффект на конечный продукт, например, на проволоку/полосу. На этом вопросе будут сосредоточены дальнейшие исследования.

## ВЫВОДЫ

1. Установлено, что добавка 0,3 мас. % меди в сплавы Al–0,5Fe и Al–1,7Fe, полученные электромагнитным литьем, приводит к меньшему размеру интерметаллических частиц.

2. Добавление меди в сплавы Al–0,5Fe и Al–1,7Fe повышает их предел прочности (на 16 МПа в сплаве Al–0,5Fe и на 24 МПа в сплаве Al–1,7Fe). Это также привело к снижению электропроводности (на 1,7 % IACS в сплаве Al–0,5Fe и на 8,2 % IACS в сплаве Al–1,7Fe).

3. Содержание железа в исследованных сплавах оказывает большее влияние на свойства сплава, чем содержание меди.

4. Отжиг при 450 °С в течение 2 ч приводит к сфероидизации интерметаллических частиц, сглаживанию их краев и уменьшению площади межфазной границы «частица – матрица». Такая термообработка, приводящая к снижению механической прочности и повышению электропроводности, по-видимому, не влияет на пластичность сплавов.

5. Сплавы, содержащие дополнительную медь, демонстрируют более высокую термическую стабильность – они имеют меньшую величину разупрочнения при термообработке по сравнению с немедными сплавами. Метод литья в электромагнитный кристаллизатор обеспечивает заметное влияние присутствия меди, которое было бы незначительным при традиционных методах литья.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Aamir M., Giasin K., Tolouei-Rad M., Vafadar A. A review: drilling performance and hole quality of aluminium alloys for aerospace applications // *Journal of Materials Research and Technology*. 2020. Vol. 9. № 6. P. 12484–12500. DOI: [10.1016/j.jmrt.2020.09.003](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.09.003).
- Belov N.A., Korotkova N.O., Akopyan T.K., Pesin A.M. Phase composition and mechanical properties of Al–1.5%Cu–1.5%Mn–0.35%Zr(Fe,Si) wire alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Vol. 782. P. 735–746. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.12.240](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.12.240).
- Cai S.L., Wan J.C., Hao Y.J., Koch C.C. Dual gradient microstructure to simultaneously improve strength and electrical conductivity of aluminum wire // *Materials Science and Engineering: A*. 2020. Vol. 783. Article number 139308. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139308](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139308).
- Lee Keunwon, Song Yongwook, Kim Sehoon, Kim Minsang, Seol Jaebok, Cho Kisub, Choi Hyunjoo. Genetic design of new aluminum alloys to overcome strength-ductility trade-off dilemma // *Journal of Alloys and Compounds*. 2023. Vol. 947. Article number 169546. DOI: [10.1016/j.jallcom.2023.169546](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169546).
- Genc M., Eloi P., Blandin J.-J., Pascal C., Donnadiu P., De Geuser F., Lhuissier P., Desrayaud C., Martin G. Optimization of the strength vs. conductivity trade-off in an aluminium alloy designed for laser powder bed fusion // *Materials Science and Engineering: A*. 2022. Vol. 858. Article number 144139. DOI: [10.1016/j.msea.2022.144139](https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144139).
- Sasaki T.T., Ohkubo T., Hono K. Microstructure and mechanical properties of bulk nanocrystalline Al-Fe alloy processed by mechanical alloying and spark plasma sintering // *Acta Materialia*. 2009. Vol. 57. № 12. P. 3529–3538. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.04.012](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.04.012).
- Zhao Qingru, Qian Zhao, Cui Xiaoli, Wu Yuying, Liu Xiangfa. Optimizing microstructures of dilute Al-Fe-Si alloys designed with enhanced electrical conductivity and tensile strength // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 650. P. 768–776. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.08.052](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.08.052).
- Jiang Xinyang, Zhang Ying, Yi Danqing, Wang Haisheng, Deng Xianbo, Wang Bin. Low-temperature creep behavior and microstructural evolution of 8030 aluminum cables // *Materials Characterization*. 2017. Vol. 130. P. 181–187. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.05.040](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.05.040).
- Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement // *Progress in Materials Science*. 2006. Vol. 51. № 7. P. 881–981. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2006.02.003](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003).
- Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications // *Progress in Materials Science*. 2008. Vol. 53. № 6. P. 893–979. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2008.03.002](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002).
- Belov N., Murashkin M., Korotkova N., Akopyan T., Timofeev V. Structure and properties of Al–0.6 Wt.%Zr wire alloy manufactured by direct drawing of electromagnetically cast wire rod // *Metals (Basel)*. 2020. Vol. 10. № 6. P. 1–11. DOI: [10.3390/met10060769](https://doi.org/10.3390/met10060769).
- Belov N., Akopyan T., Korotkova N., Murashkin M., Timofeev V., Fortuna A. Structure and properties of Ca and Zr containing heat resistant wire aluminum alloy manufactured by electromagnetic casting // *Metals (Basel)*. 2021. Vol. 11. № 2. Article number 236. DOI: [10.3390/met11020236](https://doi.org/10.3390/met11020236).
- Murashkin M.Y., Sabirov I., Medvedev A.E., Enikeev N.A., Lefebvre W., Valiev R.Z., Sauvage X. Mechanical and electrical properties of an ultrafine grained Al-8.5wt. % RE (RE=5.4wt.% Ce, 3.1wt.% La) alloy processed by severe plastic deformation // *Materials and Design*. 2016. Vol. 90. P. 433–442. DOI: [10.1016/j.matdes.2015.10.163](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.163).
- Медведев А.Е., Жукова О.О., Федотова Д.Д., Мурашкин М.Ю. Механические свойства, электропроводность и термостабильность проволоки из сплавов системы Al-Fe, полученных литьем в электромагнитный кристаллизатор // *Frontier Materials & Technologies*. 2022. № 3-1. С. 96–105. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-1-96-105](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-1-96-105).
- Medvedev A., Zhukova O., Enikeev N., Kazykhanov V., Timofeev V., Murashkin M. The Effect of Casting Technique and Severe Straining on the Microstructure, Electrical Conductivity, Mechanical Properties and Thermal Stability of the Al–1.7 wt.% Fe Alloy // *Materials*. 2023. Vol. 16. Article number 3067. DOI: [10.3390/ma16083067](https://doi.org/10.3390/ma16083067).
- Mogucheva A.A., Zhabkin D.V., Kaibyshev R.O. Effect of annealing on the structure and properties of aluminum alloy Al–8% MM // *Metal Science and Heat Treatment*. 2012. Vol. 53. P. 450–454. DOI: [10.1007/s11041-012-9414-6](https://doi.org/10.1007/s11041-012-9414-6).
- Akopyan T.K., Letyagin N.V., Belov N.A., Koshmin A.N., Gizatulin D.S. Analysis of the Microstructure and Mechanical Properties of a New Wrought Alloy Based on the ((Al) + Al<sub>4</sub>(Ca,La)) Eutectic // *Physics of Metals and Metallography*. 2020. Vol. 121. P. 914–919. DOI: [10.1134/S0031918X20080025](https://doi.org/10.1134/S0031918X20080025).
- Cheng Yue, Miyawaki T., Wang Wenyuan, Takata N., Suzuki A., Kobashi M., Kato M. Laser-beam powder bed fusion of Al-Fe-Cu alloy to achieve high strength and thermal conductivity // *Additive Manufacturing Letters*. 2024. Vol. 8. Article number 100191. DOI: [10.1016/j.addlet.2023.100191](https://doi.org/10.1016/j.addlet.2023.100191).
- Aghaali V., Rahimpour M.R., Faraji A., Ebadzadeh T. The effect of microwave radiation on the formation of quasi-crystalline phases in the Al-Cu-Fe system prepared by induction furnace // *Materials Today Commu-*



- nications. 2024. Vol. 38. Article number 107499. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2023.107499](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.107499).
20. Zhao Yuliang, He Weixiang, Medina J., Song Dongfu, Sun Zhenzhong, Xue Yanlin, González-Doncel G., Fernández R. Contribution of the Fe-rich phase particles to the high temperature mechanical behaviour of an Al-Cu-Fe alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2024. Vol. 973. Article number 172866. DOI: [10.1016/j.jallcom.2023.172866](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.172866).
  21. Белый Д.И. Алюминиевые сплавы для токопроводящих жил кабельных изделий // *Кабели и провода*. 2012. № 1. С. 8–15. EDN: [PWOFCV](https://www.edn.ru/pwofcv/).
  22. Mondolfo L.F. *Aluminum Alloys Structure and Properties*. Oxford: Butterworth, 1976. 971 p.
  23. Jiang Hongxiang, Li Shixin, Zhang Lili, He Jie, Zheng Qiuju, Song Yan, Li Yanqiang, Zhao Jiuzhou. The influence of rare earth element lanthanum on the microstructures and properties of as-cast 8176 (Al-0.5Fe) aluminum alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2021. Vol. 859. Article number 157804. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.157804](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157804).
  24. Draissia M., Debili M.-Y. Study of solid-solution hardening in binary aluminium-based alloys // *Open Physics*. 2005. Vol. 3. № 3. P. 395–408. DOI: [10.2478/BF02475646](https://doi.org/10.2478/BF02475646).
- ### REFERENCES
1. Aamir M., Giasin K., Tolouei-Rad M., Vafadar A. A review: drilling performance and hole quality of aluminium alloys for aerospace applications. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, vol. 9, no. 6, pp. 12484–12500. DOI: [10.1016/j.jmrt.2020.09.003](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.09.003).
  2. Belov N.A., Korotkova N.O., Akopyan T.K., Pesin A.M. Phase composition and mechanical properties of Al–1.5%Cu–1.5%Mn–0.35%Zr(Fe,Si) wire alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, vol. 782, pp. 735–746. DOI: [10.1016/j.jallcom.2018.12.240](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.12.240).
  3. Cai S.L., Wan J.C., Hao Y.J., Koch C.C. Dual gradient microstructure to simultaneously improve strength and electrical conductivity of aluminum wire. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, vol. 783, article number 139308. DOI: [10.1016/j.msea.2020.139308](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139308).
  4. Lee Keunwon, Song Yongwook, Kim Sehoon, Kim Minsang, Seol Jaebok, Cho Kisub, Choi Hyunjoo. Genetic design of new aluminum alloys to overcome strength-ductility trade-off dilemma. *Journal of Alloys and Compounds*, 2023, vol. 947, article number 169546. DOI: [10.1016/j.jallcom.2023.169546](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.169546).
  5. Genc M., Eloi P., Blandin J.-J., Pascal C., Donnadieu P., De Geuser F., Lhuissier P., Desrayaud C., Martin G. Optimization of the strength vs. conductivity trade-off in an aluminium alloy designed for laser powder bed fusion. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, vol. 858, article number 144139. DOI: [10.1016/j.msea.2022.144139](https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144139).
  6. Sasaki T.T., Ohkubo T., Hono K. Microstructure and mechanical properties of bulk nanocrystalline Al-Fe alloy processed by mechanical alloying and spark plasma sintering. *Acta Materialia*, 2009, vol. 57, no. 12, pp. 3529–3538. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.04.012](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.04.012).
  7. Zhao Qingru, Qian Zhao, Cui Xiaoli, Wu Yuying, Liu Xiangfa. Optimizing microstructures of dilute Al-Fe-Si alloys designed with enhanced electrical conductivity and tensile strength. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, vol. 650, pp. 768–776. DOI: [10.1016/j.jallcom.2015.08.052](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.08.052).
  8. Jiang Xinyang, Zhang Ying, Yi Danqing, Wang Haisheng, Deng Xianbo, Wang Bin. Low-temperature creep behavior and microstructural evolution of 8030 aluminum cables. *Materials Characterization*, 2017, vol. 130, pp. 181–187. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.05.040](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.05.040).
  9. Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 2006, vol. 51, no. 7, pp. 881–981. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2006.02.003](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2006.02.003).
  10. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, 2008, vol. 53, no. 6, pp. 893–979. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2008.03.002](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002).
  11. Belov N., Murashkin M., Korotkova N., Akopyan T., Timofeev V. Structure and properties of Al–0.6 Wt.%Zr wire alloy manufactured by direct drawing of electromagnetically cast wire rod. *Metals (Basel)*, 2020, vol. 10, no. 6, pp. 1–11. DOI: [10.3390/met10060769](https://doi.org/10.3390/met10060769).
  12. Belov N., Akopyan T., Korotkova N., Murashkin M., Timofeev V., Fortuna A. Structure and properties of Ca and Zr containing heat resistant wire aluminum alloy manufactured by electromagnetic casting. *Metals (Basel)*, 2021, vol. 11, no. 2, article number 236. DOI: [10.3390/met11020236](https://doi.org/10.3390/met11020236).
  13. Murashkin M.Y., Sabirov I., Medvedev A.E., Enikeev N.A., Lefebvre W., Valiev R.Z., Sauvage X. Mechanical and electrical properties of an ultrafine grained Al-8.5wt. % RE (RE=5.4wt.% Ce, 3.1wt.% La) alloy processed by severe plastic deformation. *Materials and Design*, 2016, vol. 90, pp. 433–442. DOI: [10.1016/j.matdes.2015.10.163](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.10.163).
  14. Medvedev A.E., Zhukova O.O., Fedotova D.D., Murashkin M.Yu. The mechanical properties, electrical conductivity, and thermal stability of a wire made of Al-Fe alloys produced by casting into an electromagnetic crystallizer. *Frontier Materials & Technologies*, 2022, no. 3-1, pp. 96–105. DOI: [10.18323/2782-4039-2022-3-1-96-105](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2022-3-1-96-105).
  15. Medvedev A., Zhukova O., Enikeev N., Kazykhanov V., Timofeev V., Murashkin M. The Effect of Casting Technique and Severe Straining on the Microstructure, Electrical Conductivity, Mechanical Properties and Thermal Stability of the Al–1.7 wt.% Fe Alloy. *Materials*, 2023, vol. 16, article number 3067. DOI: [10.3390/ma16083067](https://doi.org/10.3390/ma16083067).
  16. Mogucheva A.A., Zyabkin D.V., Kaibyshev R.O. Effect of annealing on the structure and properties of aluminum alloy Al–8% MM. *Metal Science and Heat Treatment*, 2012, vol. 53, pp. 450–454. DOI: [10.1007/s11041-012-9414-6](https://doi.org/10.1007/s11041-012-9414-6).
  17. Akopyan T.K., Letyagin N.V., Belov N.A., Koshmin A.N., Gizatulin D.S. Analysis of the Microstructure and Mechanical Properties of a New Wrought Alloy Based on the ((Al) + Al<sub>3</sub>(Ca,La)) Eutectic. *Physics of Metals and Metallography*, 2020, vol. 121, pp. 914–919. DOI: [10.1134/S0031918X20080025](https://doi.org/10.1134/S0031918X20080025).
  18. Cheng Yue, Miyawaki T., Wang Wenyuan, Takata N., Suzuki A., Kobashi M., Kato M. Laser-beam powder bed fusion of Al–Fe–Cu alloy to achieve high strength and thermal conductivity. *Additive Manufacturing*



- ting Letters, 2024, vol. 8, article number 100191. DOI: [10.1016/j.addlet.2023.100191](https://doi.org/10.1016/j.addlet.2023.100191).
19. Aghaali V., Rahimpour M.R., Faraji A., Ebadzadeh T. The effect of microwave radiation on the formation of quasi-crystalline phases in the Al-Cu-Fe system prepared by induction furnace. *Materials Today Communications*, 2024, vol. 38, article number 107499. DOI: [10.1016/j.mtcomm.2023.107499](https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2023.107499).
20. Zhao Yuliang, He Weixiang, Medina J., Song Dongfu, Sun Zhenzhong, Xue Yanlin, González-Doncel G., Fernández R. Contribution of the Fe-rich phase particles to the high temperature mechanical behaviour of an Al-Cu-Fe alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2024, vol. 973, article number 172866. DOI: [10.1016/j.jallcom.2023.172866](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.172866).
21. Belyy D.I. Aluminum alloys for conductors of cable products. *Kabeli i provoda*, 2012, no. 1, pp. 8–15. EDN: [PWOFCV](https://www.edn.net/PWOFCV).
22. Mondolfo L.F. *Aluminum Alloys Structure and Properties*. Oxford, Butterworth Publ., 1976. 971 p.
23. Jiang Hongxiang, Li Shixin, Zhang Lili, He Jie, Zheng Qiuju, Song Yan, Li Yanqiang, Zhao Jiuzhou. The influence of rare earth element lanthanum on the microstructures and properties of as-cast 8176 (Al-0.5Fe) aluminum alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, vol. 859, article number 157804. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.157804](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.157804).
24. Draissia M., Debili M.-Y. Study of solid-solution hardening in binary aluminium-based alloys. *Open Physics*, 2005, vol. 3, no. 3, pp. 395–408. DOI: [10.2478/BF02475646](https://doi.org/10.2478/BF02475646).

## The influence of Cu additions on the microstructure and properties of Al–Fe system alloys produced by casting into electromagnetic crystallizer

© 2024

Andrey E. Medvedev<sup>1</sup>, PhD (Physics and Mathematics), junior researcher

Olga O. Zhukova<sup>2</sup>, postgraduate student

Aigul F. Shaikhulova<sup>3</sup>, PhD (Engineering), Associate Professor, senior researcher

Maxim Yu. Murashkin<sup>4</sup>, PhD (Engineering), senior researcher

Ufa University of Science and Technology, Ufa (Russia)

\*E-mail: medvedevae@uust.ru,  
medvedevandreyrf@gmail.com

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8616-0042>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1879-9389>

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3340-3880>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9950-0336>

Received 26.06.2023

Accepted 14.02.2024

**Abstract:** The modern electrical engineering industry requires cheap and easily reproducible aluminum alloys with advanced mechanical strength and electrical conductivity. This work studies the influence of small (up to 0.3 wt. %) copper additions on the microstructure and physical and mechanical properties, as well as phase transformations in the Al–Fe system alloys with an iron content of 0.5 and 1.7 wt. %, produced by continuous casting into electromagnetic crystallizer. Alloys of the above chemical compositions were produced, and subsequently annealed at 450 °C for 2 h. In all states, the microstructure (via SEM), yield strength, ultimate tensile strength, elongation to failure, and electrical conductivity were studied. It has been shown that copper additions lead to an increase in the strength of both alloys and a slight decrease in their ductility compared to similar materials without copper. An increase in strength and a decrease in ductility due to the copper addition is associated with the formation of more dispersed intermetallic particles in copper-containing Al–Fe system alloys. Additional spheroidizing annealing leads to a decrease in the length of the interphase boundary between the aluminum matrix and iron aluminide particles due to a change in their morphology, which leads to an increase in electrical conductivity. In general, copper-containing alloys showed higher mechanical strength with lower electrical conductivity, as well as higher thermal stability.

**Keywords:** Al; Al–Fe–Cu; casting into electromagnetic crystallizer; phase transformations; mechanical properties; electrical conductivity; thermal stability.

**Acknowledgements:** The research was supported by the Russian Science Foundation grant No. 20-79-10133, <https://rscf.ru/project/20-79-10133/>.

The research part of the work was carried out on the equipment of the Core Facility Centre “Nanotech” of Ufa University of Science and Technology. The authors express their gratitude to Professor V.N. Timofeev (Siberian Federal University) for providing the research material.

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:** Medvedev A.E., Zhukova O.O., Shaikhulova A.F., Murashkin M.Yu. The influence of Cu additions on the microstructure and properties of Al–Fe system alloys produced by casting into electromagnetic crystallizer. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 77–85. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-2-68-7](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-2-68-7).

**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».

## Акустические свойства мартенситно-старееющей стали ХМ-12 после энергетических воздействий

© 2024

**Муравьева Ольга Владимировна**<sup>1,2,3</sup>, доктор технических наук, профессор,  
профессор кафедры «Приборы и методы измерений, контроля, диагностики»  
**Муравьев Виталий Васильевич**<sup>1,2,4</sup>, доктор технических наук, профессор,  
профессор кафедры «Приборы и методы измерений, контроля, диагностики»  
**Волкова Людмила Владимировна**<sup>1,5</sup>, кандидат технических наук, доцент,  
доцент кафедры «Приборы и методы измерений, контроля, диагностики»  
**Владыкин Алексей Леонидович**<sup>\*1,6</sup>, аспирант  
**Белослудцев Константин Юрьевич**<sup>1</sup>, магистрант

<sup>1</sup>Ижевский государственный технический университет имени М.Т. Калашникова, Ижевск (Россия)

<sup>2</sup>Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН, Ижевск (Россия)

\*E-mail: pmkk@istu.ru,  
vladykin-ndt@mail.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3442-8163>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8590-1382>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5128-6465>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-1813-2011>

Поступила в редакцию 05.07.2023

Принята к публикации 28.11.2023

**Аннотация:** Исследование акустических свойств мартенситно-старееющих сталей, эксплуатируемых в условиях различных энергетических силовых и температурных воздействий, является актуальной задачей, так как именно метод акустической структуроскопии обеспечивает наиболее достоверную связь со структурой, напряженно-деформированным состоянием и механическими свойствами сталей. Работа посвящена исследованию акустических свойств образцов мартенситно-старееющей стали ХМ-12 при различных термических обработках в условиях механических растягивающих и циклических нагрузок. Исследованы образцы мартенситно-старееющей стали ХМ-12 в трех структурных состояниях: после отжига на твердый раствор и последующего старения при 470 и 565 °С; при испытаниях на растяжение; в процессе циклической нагрузки растяжения-сжатия. В исследованиях использована уникальная научная установка «Информационно-измерительный комплекс для исследований акустических свойств материалов и изделий». Она реализует акустический зеркально-теневой метод на многократных отражениях с применением электромагнитно-акустического и пьезоэлектрического преобразователей на основе поливинилденфторидной пленки для возбуждения и приема волн и позволяет определить скорости распространения волн с погрешностью не более 2 м/с. Исследованы акустические (скорость волн, упругие модули, коэффициенты электромагнитно-акустического (ЭМА) преобразования, коэффициенты акустической анизотропии, коэффициенты акустоупругой связи) и электромагнитные (коэрцитивная сила и электропроводность) характеристики образцов: в исходном состоянии (до нагружения); пошагово в процессе растягивающих нагрузок и последующего разгрузки; после испытаний на растяжение; в процессе циклической нагрузки растяжения-сжатия. Выявлено, что наибольшей структурной чувствительностью к механической растягивающей нагрузке и циклическому нагружению являются следующие акустические параметры образцов стали ХМ-12: скорость поперечной волны, коэффициент Пуассона, коэффициент двойного ЭМА-преобразования и коэффициент акустической анизотропии.

**Ключевые слова:** мартенситно-старееющая сталь ХМ-12; акустические свойства; термическая обработка; механическая растягивающая нагрузка; циклическое нагружение.

**Благодарности:** Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (грант № 22-19-00252, <https://rscf.ru/project/22-19-00252/>) с использованием УНУ «Информационно-измерительный комплекс для исследований акустических свойств материалов и изделий» (рег. номер 586308).

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

**Для цитирования:** Муравьева О.В., Муравьев В.В., Волкова Л.В., Владыкин А.Л., Белослудцев К.Ю. Акустические свойства мартенситно-старееющей стали ХМ-12 после энергетических воздействий // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 87–100. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-8.

### ВВЕДЕНИЕ

Мартенситно-старееющие стали получили широкое применение во многих отраслях промышленности благодаря своей высокой прочности и вязкости без потери пластичности и повышенной теплостойкости с низким порогом хладноломкости. Высокие механические свой-

ства этих сталей достигаются благодаря использованию легирующих элементов, важным компонентом которых является никель, а также хром, медь, кобальт, титан, марганец, кремний и др. Термическая обработка мартенситно-старееющих сталей заключается в отжиге на твердый раствор и последующем старении в интервале температур 400...550 °С, которое вносит наибольший

вклад в упрочнение [1]. Мартенситно-старееющие стали используют для тяжелонагруженных деталей, эксплуатируемых в условиях циклических силовых и температурных воздействий, при экстремально высоких и низких температурах.

Рассматриваемая в статье сталь ХМ-12, также известная как 15-5 PH или UNS S15500, в качестве легирующих элементов содержит хром, никель и медь. Ее уникальная структура обеспечивает повышенную прочность и коррозионную стойкость, улучшенную вязкость и более низкую температуру закалки, чем у ее предшественника – стали 17-4 PH [2].

Во множестве зарубежных публикаций, посвященных мартенситно-старееющей стали 15-5 PH, исследуется влияние режимов термообработки на микроструктуру и механические свойства этой стали разрушающими методами на специальных образцах, вырезанных из промышленных изделий [3–7]. В частности, в работе [3] с использованием электронной микроскопии показано, что микроструктура мартенситной нержавеющей стали при длительном старении подвергается сложной эволюции. Эта эволюция включает в себя возможное развитие незначительной аустенитной фазы, богатых медью осадков, а также выделение из твердого раствора хрома и кремния. Выделения размером в несколько нм когерентно зарождаются во время старения на границах раздела с матрицей. При более длительном старении в матрице однородно образуются кластеры.

В работе [4] показано, что прочность на разрыв сварного шва мартенситной стали сначала увеличивается с ростом температуры старения после сварки, что связывают с размером и распределением богатой медью фазы, а затем уменьшается с увеличением температуры старения после сварки, вероятно, из-за увеличения количества остаточного аустенита.

Результаты работы [5] показали, что прочность при испытаниях на разрыв нержавеющей стали сначала снижалась с увеличением температуры старения с 440 до 540 °С, а затем увеличивалась с увеличением температуры старения с 540 до 610 °С. Авторы считают, что механизмы упрочнения, вызванные плотностью дислокаций и осаждением второй фазы, обогащенной медными выделениями при различных температурах старения, являются преобладающими механизмами упрочнения.

В работе [6] на образцах из мартенситной нержавеющей стали проведены циклические испытания на изгиб с целью определения усталостной прочности и показано, что влияние сжимающего подслоя на усталостную прочность намного важнее, чем влияние шероховатости поверхности или микроструктуры. В работе [7] электронно-микроскопическими исследованиями обнаружено, что упрочнение границ зерен дислокациями и образующимися медными выделениями в мартенситной нержавеющей стали 15-5 PH является основным фактором, определяющим увеличение пределов прочности и текучести отпущенного мартенсита.

Многие исследования за последнее время посвящены анализу микроструктуры и механических свойств мартенситно-старееющих сталей, полученных с использованием аддитивных технологий [8–10], в том числе при циклических испытаниях [11]. Например, в работе [8] отмечено, что твердость металла, полученного методом прямого лазерного спекания, изменяется вдоль

верхней и нижней частей готовых образцов, причем твердость верхней части образцов выше из-за более мелкого размера зерен. Тем не менее старение сплава способствует дальнейшему повышению его твердости и прочности. В [9] показано, что количество остаточного аустенита значительно уменьшается после термической обработки, а оставшийся незначительный остаточный аустенит полностью превращается в мартенсит в процессе механического растяжения в образцах, изготовленных с помощью селективного лазерного плавления. Стандартные условия старения повышают предел текучести, твердость и коррозионную стойкость стали за счет образования мелких сферических осадков, богатых медью, но делают образцы хрупкими, что приводит к снижению ударной вязкости [10]. В работе [11] сообщается о влиянии термической обработки (старения и перестаривания) на усталостную долговечность нержавеющей стали 15-5 PH с дисперсионным твердением, полученной селективной лазерной плавкой. Показано, что старение ведет к дисперсионному упрочнению матрицы, при этом повышается чувствительность к дефектам в режиме многоциклового усталости. Перестаривание делает образец пластичным из-за укрупнения выделений, богатых медью, и увеличивает количество остаточного аустенита.

Использование методов неразрушающего контроля для анализа структуры и свойств хромоникелевых сталей, а также влияния на них механического нагружения и усталостных испытаний ограничено электромагнитными методами неразрушающего контроля: магнитными [12] и вихретоковыми [13].

Исследование акустических свойств сталей, эксплуатируемых в условиях различных энергетических силовых и температурных воздействий, является актуальной задачей, так как именно метод акустической структуроскопии обеспечивает наиболее достоверную связь со структурой, напряженно-деформированным состоянием и механическими свойствами сталей [14–19]. В частности, предложено использование параметров коэффициента Пуассона и акустической анизотропии для оценки структурного состояния пластически деформированной стали 09Г2С [14], для оценки микроструктурных изменений при пластической деформации с последующей термической обработкой и малоциклового усталости аустенитной стали 12KM8N10T [15; 16]. Метод акустоупругости применялся для оценки остаточных напряжений в процессе изготовления осесимметричных деталей из мартенситно-старееющей стали 03Н17К10В10МТ [17], а также для оценки остаточных напряжений при изготовлении рельсов [18]. В [19] показана возможность определения степени поврежденности плоских образцов из аустенитной стали 12X18N10T в области малоциклового усталости по скорости распространения упругих волн и коэрцитивной силе.

Все описанные выше исследования в области акустической структуроскопии могут быть реализованы на специально изготовленных плоских образцах. Применительно к образцам круглого проката мартенситно-старееющих сталей перспективно использование бесконтактного электромагнитно-акустического (ЭМА) способа излучения-приема акустических волн и зеркально-теневого метода многократных отражений по причине высокой точности и достоверности получаемых акустических характеристик [20; 21]. Об этом

свидетельствуют также результаты, полученные в работах [22; 23], посвященных оценке влияния термообработки и многоциклового нагружения путем консольного изгиба с вращением на скорость сдвиговых и рэлеевских волн в образцах стали 45 и стали 40Х. Следует отметить, что стали мартенситного класса ранее практически не исследовались акустическими методами. Отсутствует также информация о влиянии термической обработки (отжиг на твердый раствор, старение) и механического (в том числе циклического) нагружения на акустические характеристики образцов круглого проката, используемого для большинства высоконагруженных деталей нефтедобывающей промышленности.

Цель работы – исследование акустических свойств образцов мартенситно-стареющей стали ХМ-12 после различных видов энергетических воздействий: термической обработки, механических растягивающих и циклических нагрузок.

### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследований использовались образцы дисперсионно-стареющей стали ХМ-12 с добавлением меди (сплав также известен под названиями 15-5 РН и UNS S15500), подвергнутые отжигу на твердый раствор при температуре 1040 °С в течение 30 мин с охлаждением на воздухе и старению при температурах 470 и 565 °С в течение 3 ч.

Химический состав низкоуглеродистой стали ХМ-12 соответствует стандарту ASTM A564 и содержит

следующие легирующие элементы: 14 % Cr, 4 % Ni, 3 % Cu, 1 % Mn и 1 % Si.

Образцы изготовлены в виде цилиндров с диаметром рабочей части 10 мм и длиной 150 мм с галтельными переходами на диаметр 20 мм для захватов.

Исследования проводились на уникальной научной установке «Информационно-измерительный комплекс для исследований акустических свойств материалов и изделий» (рег. номер 586308) в составе информационно-измерительной системы ДЭМА-П и ультразвукового дефектоскопа DIO-1000 PA (рис. 1). Установка обеспечивает возбуждение и прием объемных поперечных волн продольной и радиальной поляризации, распространяющихся по диаметральным направлениям сечения образца, и поверхностной волны Рэлея, распространяющейся по огибающей образца (рис. 2 а). Уникальность используемого оборудования состоит в использовании бесконтактного электромагнитно-акустического способа излучения-приема волн, позволяющего существенно повысить достоверность и точность результатов измерений и использовать в качестве дополнительного информативного параметра эффективность ЭМА-преобразования. Излучение-прием продольной волны радиальной поляризации осуществляется с использованием гибкой пьезопленки типа поливинилиденфторид (ПВДФ) и ультразвукового дефектоскопа DIO-1000 PA. Установка позволяет регистрировать получаемые осциллограммы с высокой частотой дискретизации и содержит специализированное программное обеспечение

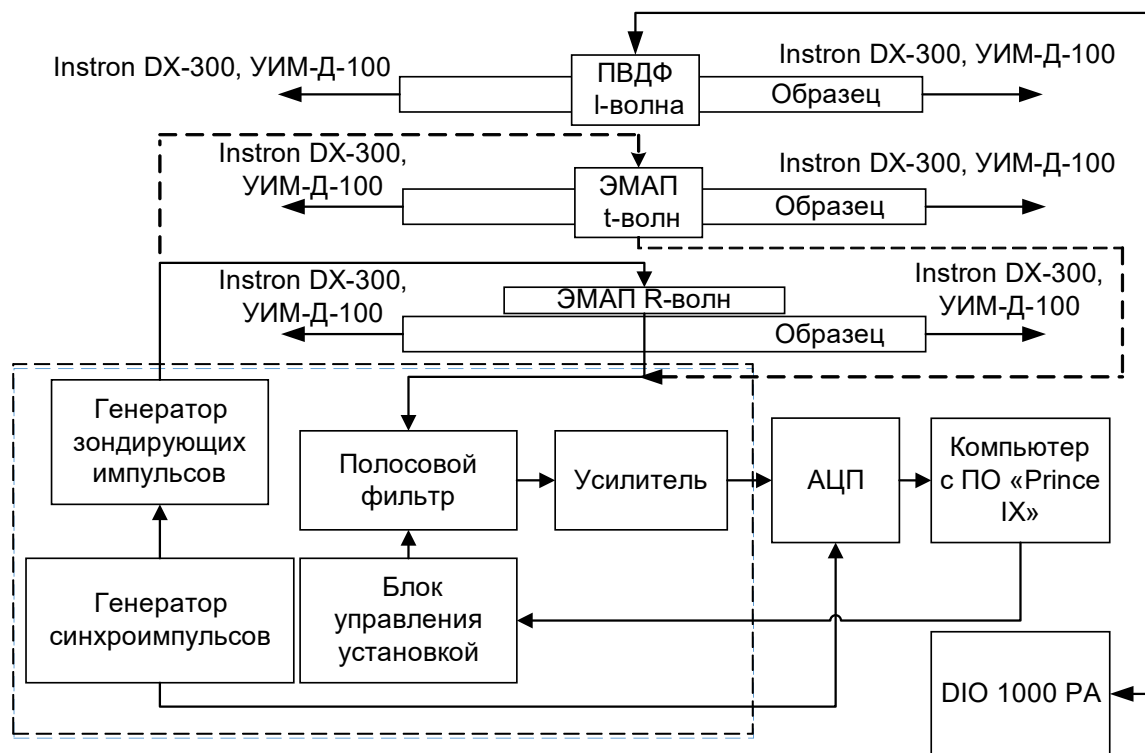


Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки,

где АЦП – аналого-цифровой преобразователь (LAn10-12PCI-U); ПО – программное обеспечение; ЭМАП – электромагнитно акустический преобразователь; УИМ-Д – универсальная испытательная машина динамическая

Fig. 1. Block scheme of the experimental installation,

where АЦП is an analog-to-digital converter (LAn10-12PCI-U); ПО is software;

ЭМАП is an electromagnetic acoustic transducer; УИМ-Д is a universal dynamic testing machine



Prince IX для расчета основных информативных параметров. Характерные осциллограммы регистрируемой серии импульсов поперечных и продольных волн, преотраженных по диаметру образца, представлены на рис. 2 б, 2 с.

Расчет скоростей продольной и поперечной волн проводился по формуле

$$C_{t,l} = \frac{d \cdot n}{\Delta t},$$

где  $d$  – среднее значение диаметра объекта в месте установки преобразователя (погрешность определения 5 мкм);

$n$  – количество анализируемых отражений;

$\Delta t$  – время, соответствующее  $n$  отражениям.

Расчет скорости рэлеевской волны проводился по формуле

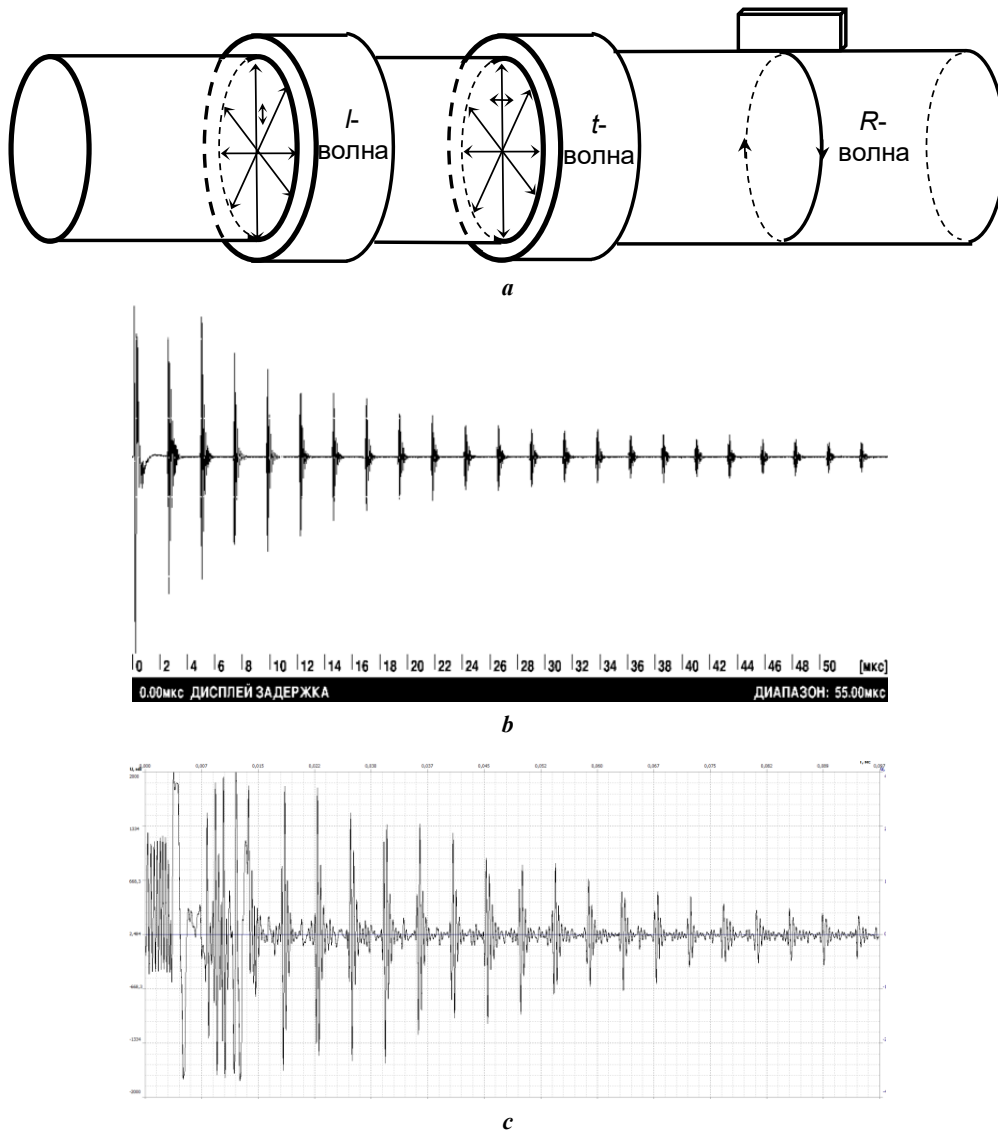
$$C_R = \frac{\pi \cdot d \cdot n}{\Delta t}.$$

При определении динамических упругих модулей (модуль Юнга  $E$ , модуль сдвига  $G$ , коэффициент Пуассона  $\nu$ ) использовалась их связь со скоростями продольной и поперечной волн и плотностью  $\rho$  материала:

$$E = \rho \cdot C_t^2 \cdot \frac{3 - 4 \cdot C_l^2 / C_t^2}{1 - C_l^2 / C_t^2};$$

$$G = \rho \cdot C_t^2;$$

$$\nu = \frac{C_l^2 - 2 \cdot C_t^2}{2 \cdot (C_l^2 - C_t^2)}.$$



**Рис. 2.** Схема распространения объемных продольных  $l$ -волн, поперечных  $t$ -волн и поверхностных  $R$ -волн по диаметру образца (а); характерные осциллограммы серии многократных отражений поперечных волн (б) и продольных волн (с)  
**Fig. 2.** Scheme of propagation of bulk longitudinal  $l$ -waves, transverse  $t$ -waves and surface  $R$ -waves along the diameter of the sample (а); characteristic oscillograms of a series of multiple reflections of transverse waves (б) and longitudinal waves (с)

Особенностью акустического метода измерения коэффициента Пуассона через скорости упругих волн является его высокая точность, обусловленная независимостью от диаметра образца. Погрешность его измерений является преобладающей в методике определения скорости волны.

Знание скоростей распространения поперечных волн различной поляризации (осевой  $C_{tos}$  и радиальной  $C_{trad}$ ) позволил оценить величину акустической анизотропии согласно ГОСТ Р 55805:

$$A = \frac{2 \cdot [C_{trad} - C_{tos}]}{C_{trad} + C_{tos}}$$

Случайная погрешность определения скорости волн рассчитывалась по формуле

$$\Delta C_{ct} = t_{CT} \cdot \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - C_{cp})^2}{n \cdot (n-1)}}$$

где  $t_{CT}$  – коэффициент Стьюдента (принят равным 2,776);  $C_i$  – значение скорости при  $i$ -м расчете, м/с;  $C_{cp}$  – среднее значение скорости по результатам  $n$  измерений, м/с;  $n$  – количество измерений.

Случайная погрешность определения скорости не превышает 2 м/с и соизмерима с методической погрешностью, обусловленной погрешностью определения диаметра образца (5 мкм) и погрешностью измерения временных интервалов (1 нс).

Эффективность ЭМА-преобразования и затухание волны в процессе распространения косвенно могут быть оценены по параметру дисперсии массива данных серии многократных отражений [24]:

$$D_x = \frac{1}{N-1} \cdot \sum_{n=0}^{N-1} (x_n - m_x)^2,$$

где  $N$  – количество данных в массиве, представляемых в виде последовательности отсчетов  $\{x_n, n=0 \dots N-1\}$ ;

$m_x$  – математическое ожидание,  $m_x = \frac{1}{N} \cdot \sum_{n=0}^{N-1} x_n$ .

Схема блока физических измерений представлена на рис. 3. В дополнение к акустическим измерениям проводились магнитные измерения с использованием коэрцитиметра КИФМ-1Н (информативный параметр – коэрцитивная сила) и электрические измерения с использованием вихрекового многофункционального прибора МВП-2М (информативный параметр – относительная электропроводность). На начальном этапе исследований измерялась плотность образцов методом гидростатического взвешивания на аналитических весах HR-AG с точностью 0,5 кг/м<sup>3</sup>.

Образцы исследовались в трех структурных состояниях для следующих вариантов нагружения: исходное состояние (без нагрузки); при растягивающей нагрузке и последующем разгрузении на каждом шаге; при циклической нагрузке растяжения-сжатия (рис. 3).

Исследование скоростей объемных волн и упругих модулей образцов в процессе одноосного растяжения проводилось на испытательной машине Instron DX-300 с шагом увеличения нагрузки 10 кН и постепенным снятием нагрузки с шагом 20 кН. Максимальная нагрузка составила 1000 МПа для образца с термообработкой отжигом на твердый раствор, 1400 МПа для образца со старением при 470 °С и 1200 МПа в случае старения при 565 °С.

Исследование поведения скоростей волн в процессе растяжения позволяет определить коэффициент акустоупругости как степень влияния механической нагрузки  $\sigma$  на скорости объемных волн:

$$k = \frac{\Delta C}{C_0} \cdot \sigma,$$

где  $k$  – коэффициент акустоупругой связи;  $\sigma$  – приложенная нагрузка, МПа;

$\frac{\Delta C}{C_0}$  – относительное изменение скорости.

Эксперимент по циклическому растяжению-сжатию проводился на испытательной машине УИМ-Д-100. Использовался отнулевой (пульсирующий) цикл со следующими характеристиками: максимальное напряжение цикла –  $\sigma_{max} = \sigma$ , минимальное напряжение –  $\sigma_{min} = 0$ , среднее напряжение –  $\sigma_m = \sigma/2$ , амплитуда –  $\sigma_a = \sigma/2$ , коэффициент асимметрии –  $r = 0$ . Максимальное напряжение цикла составило 70 % от предела текучести: для образца после отжига –  $\sigma_{max} = 700$  МПа, после старения –  $\sigma_{max} = 1200$  МПа; частота цикла – 5 Гц, шаг – от 1000 до 10000 циклов, увеличивающийся с ростом количества циклов.

На каждом шаге экспериментальных исследований в контрольных точках измерялся средний диаметр образца с помощью микрометра МР 25 с точностью 5 мкм.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты исследования микроструктуры образцов показывают, что после отжига структура преимущественно аустенитная с присутствием мартенсита. После старения структура образцов представлена малоуглеродистым мартенситом, остаточным аустенитом и незначительным количеством дельта-феррита (0–2 %), вытянутого вдоль оси проката. Присутствуют выделения мелкодисперсной структуры (упрочняющей фазы), количество которой определяет прочность стали. Микроструктура ХМ-12 представлена на рис. 4.

Механические свойства образцов стали ХМ-12 после термических обработок приведены в таблице 1. Результаты испытаний механических характеристик показывают, что прочностные свойства и твердость образцов после отжига на твердый раствор имеют минимальное значение. Старение при 470 °С увеличивает прочностные свойства и твердость до максимальных значений. Старение при 565 °С приводит к незначительному снижению прочностных свойств и твердости, однако при этом достигается наибольшая ударная вязкость.

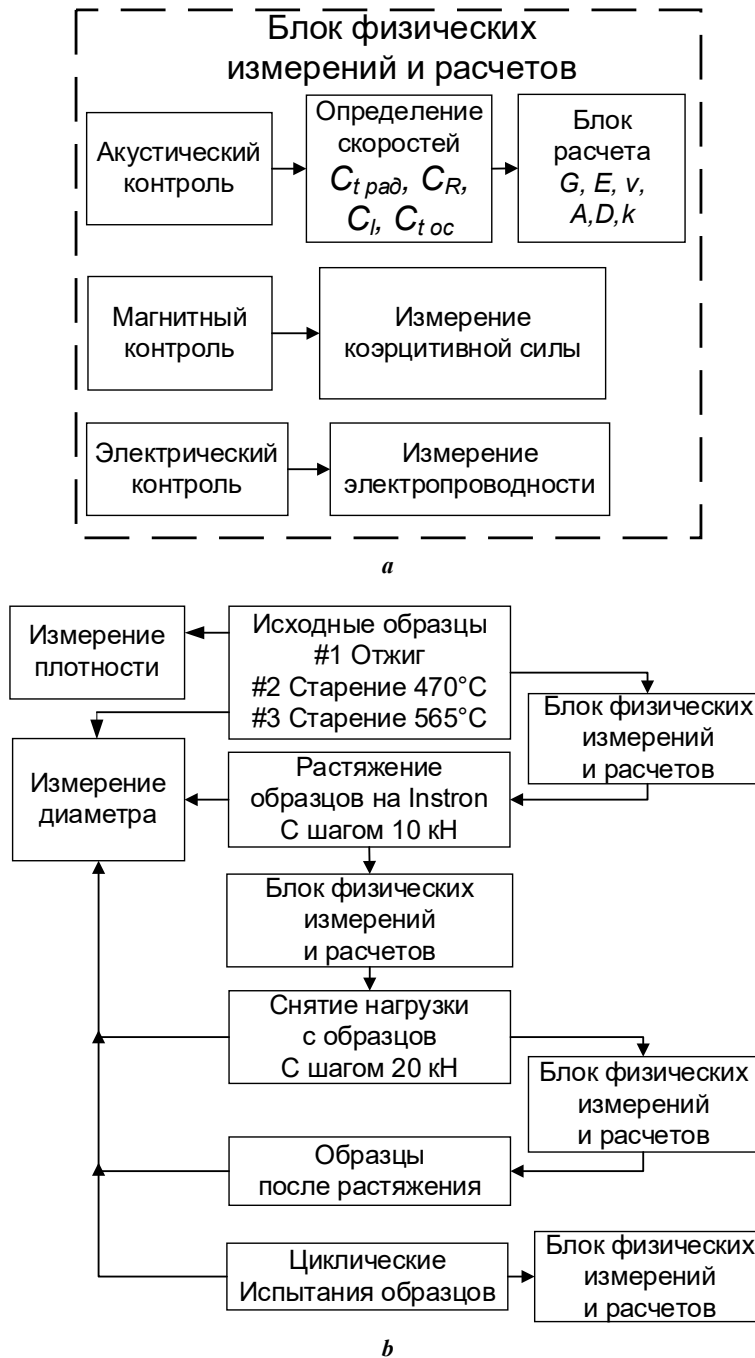


Рис. 3. Схема блока физических измерений (а); схема блока испытаний в процессе нагружения (б)  
 Fig. 3. Diagram of physical measurement block (a); diagram of block of tests during loading (b)

Физические характеристики образцов для трех режимов термообработки, измеренные в центральной зоне исследованных образцов, представлены в таблице 2.

Результаты акустической структуроскопии образцов стали ХМ-12 при различных режимах термообработки (таблица 2) показали:

- минимальные значения скоростей продольных, поперечных и рэлеевских волн, а также упругих модулей для сплава ХМ-12 наблюдаются после отжига на твердый раствор;

- коэффициент Пуассона, напротив, принимает максимальные значения для образца № 1 и минимальные для образца № 3;

- скорости волн растут после старения вследствие распада твердого раствора с выделением медных осадков, а также выделения из твердого раствора хрома и кремния;

- акустическая анизотропия свойств более существенна для образца № 1 и снижается более чем в два раза для образцов № 2 и 3.

Распределение коэффициента Пуассона и коэффициента анизотропии по длине исследуемых образцов после термической обработки представлено на рис. 5.

Изменения скорости волны и коэффициента Пуассона при растяжении образцов приводят к плавному линейному уменьшению скорости поперечной волны

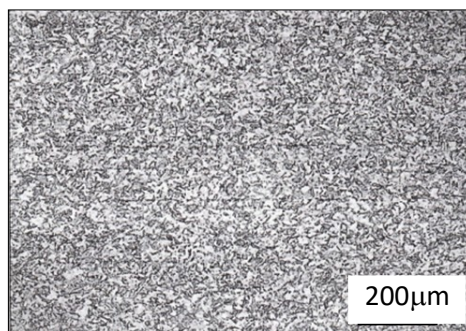


Рис. 4. Микроструктура стали XM-12 после старения  
Fig. 4. Microstructure of the 15-5 PH steel after aging

Таблица 1. Механические свойства стали XM-12 после различных термических обработок  
Table 1. Mechanical properties of the 15-5 PH steel after various types of heat treatment

Вид и режим термической обработки	Отжиг на твердый раствор при 1040 °С, 0,5 ч на воздухе	Старение при 470 °С, 3 ч	Старение при 565 °С, 3 ч
	№ образца		
	1	2	3
Предел прочности $\sigma_b$ , МПа	1 070	1 455	1 230
Предел текучести $\sigma_{0,2}$ , МПа	990	1 420	1 200
Относительное удлинение, %	13,5	12,5	12,5
Относительное сужение, %	67	60	65
Ударная вязкость KCU, Дж/см <sup>2</sup>	168	110	190
Твердость, HRC	30	45	39

осевой поляризации во всем диапазоне прикладываемых нагрузок рис. 6.

Влияние растяжения-сжатия на относительное изменение скорости циклического нагружения представлено на рис. 7. Характер кривых нелинейный.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Данные таблицы 2 показывают, что с увеличением температуры старения происходит упорядочение структуры стали с появлением новых фаз [3], а размер обогащенной медью фазы увеличивается. Согласно [5] микроструктура стали при длительном старении подвергается сложной эволюции, включающей развитие незначительной аустенитной фазы и богатых медью осадков, а также выделение из твердого раствора хрома и кремния.

Электропроводность снижается относительно отжига на твердый раствор после старения при 470 °С, а при 565 °С увеличивается до значений, соответствующих отжигу. Коэрцитивная сила относительно отжига на твердый раствор незначительно растет после старения при 470 °С. Повышение температуры старения до 565 °С приводит к снижению значений коэрцитивной силы,

что может быть связано со снижением внутренних напряжений, вызванных искажением кристаллической решетки. Это подтверждается в работе [25], в которой показано, что коэрцитивная сила мартенситно-старящего железохромоникелевого сплава зависит от морфологии структуры, напряжений, размера и формы зерен.

Из анализа рис. 5 и 6 видно, что, несмотря на изменение коэффициента Пуассона в очень небольших пределах (не более 0,25 %), имеют место существенные различия в коэффициенте акустической анизотропии по длине образца, что свидетельствует о наличии неоднородности в образце. Наиболее существенное отклонение по скорости составляет 0,96 % для образца № 2 после старения при 470 °С, наименее существенное – 0,67 % для образца № 3 после старения при 565 °С. Высокая чувствительность поперечных волн к растягивающим нагрузкам объясняется совпадением осевого направления поляризации волны с направлением силы. Скорость продольной волны, поляризованной поперек направления растягивающих напряжений, практически не меняется (изменения в пределах погрешности). Соответствующие рассчитанные коэффициенты исследованных образцов представлены в таблице 3.

Таблица 2. Физические характеристики образцов стали ХМ-12 до нагружения  
 Table 2. Physical characteristics of the 15-5 PH steel samples before loading

Физические характеристики	Режимы термической обработки		
	Отжиг	Старение при 470 °С	Старение при 565 °С
Скорость волны $C_l$ , м/с	5 798	5 838	5 866
Скорость волны $C_{\text{трад}}$ , м/с	3 136	3 154	3 192
Скорость волны $C_{\text{лос}}$ , м/с	3 123	3 150	3 186
Скорость волны $C_R$ , м/с	2 907	2 922	2 956
Плотность $\rho$ , кг/м <sup>3</sup>	7 687	7 677	7 689
Модуль Юнга $E$ , ГПа	194,6	200,0	202,7
Модуль сдвига $G$ , ГПа	75,2	77,4	78,4
Коэффициент Пуассона $\nu$	0,2947	0,2913	0,2896
Электропроводность, мкВ	3 860	3 907	3 947
Козрцитивная сила, А/см	23,2	17,5	17,1
Коэффициент анизотропии, %	0,417	0,127	0,208
Дисперсия, мВ <sup>2</sup>	6 755	6 851	6 371

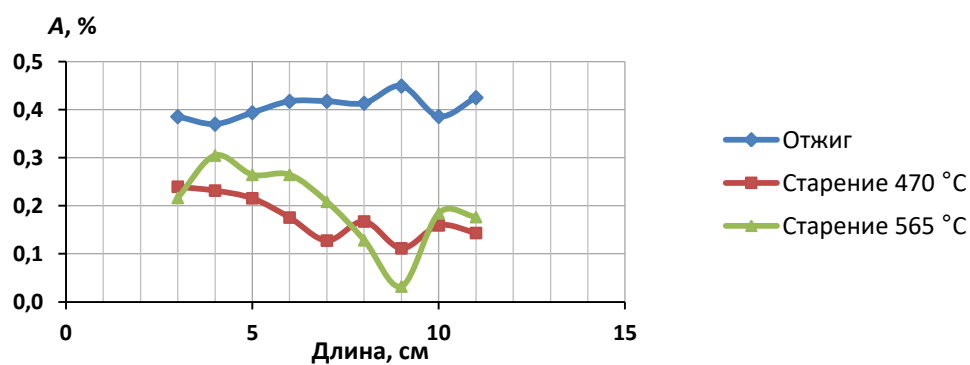
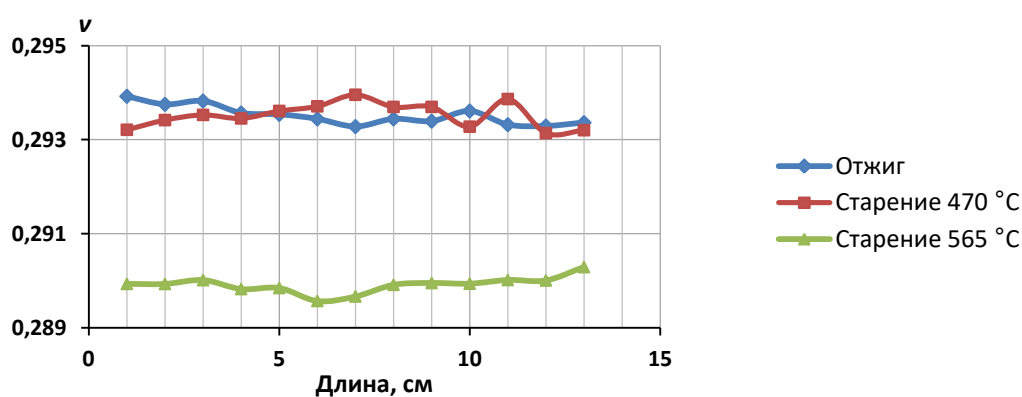


Рис. 5. Распределение коэффициента Пуассона (а) и коэффициента акустической анизотропии (б) по длине образцов, подвергнутых различным режимам термообработки  
 Fig. 5. Distribution of Poisson's ratio (a) and acoustic anisotropy coefficient (b) along the length of samples subjected to various heat treatment modes



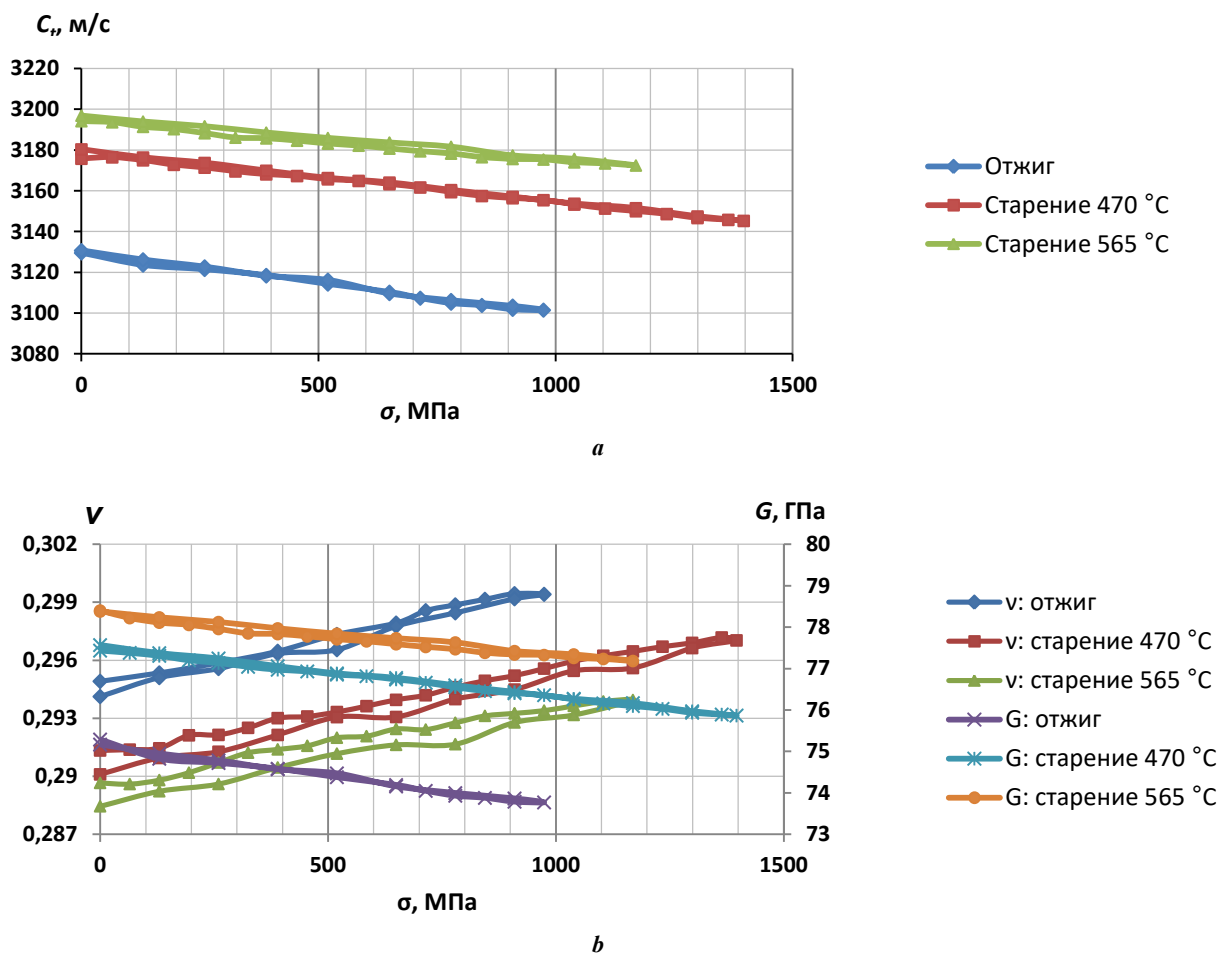


Рис. 6. Изменение скорости поперечной волны (а), упругого модуля сдвига и коэффициента Пуассона (b) в процессе растяжения

Fig. 6. Change in the transverse wave velocity (a), shear elastic modulus and Poisson's ratio (b) during tension process

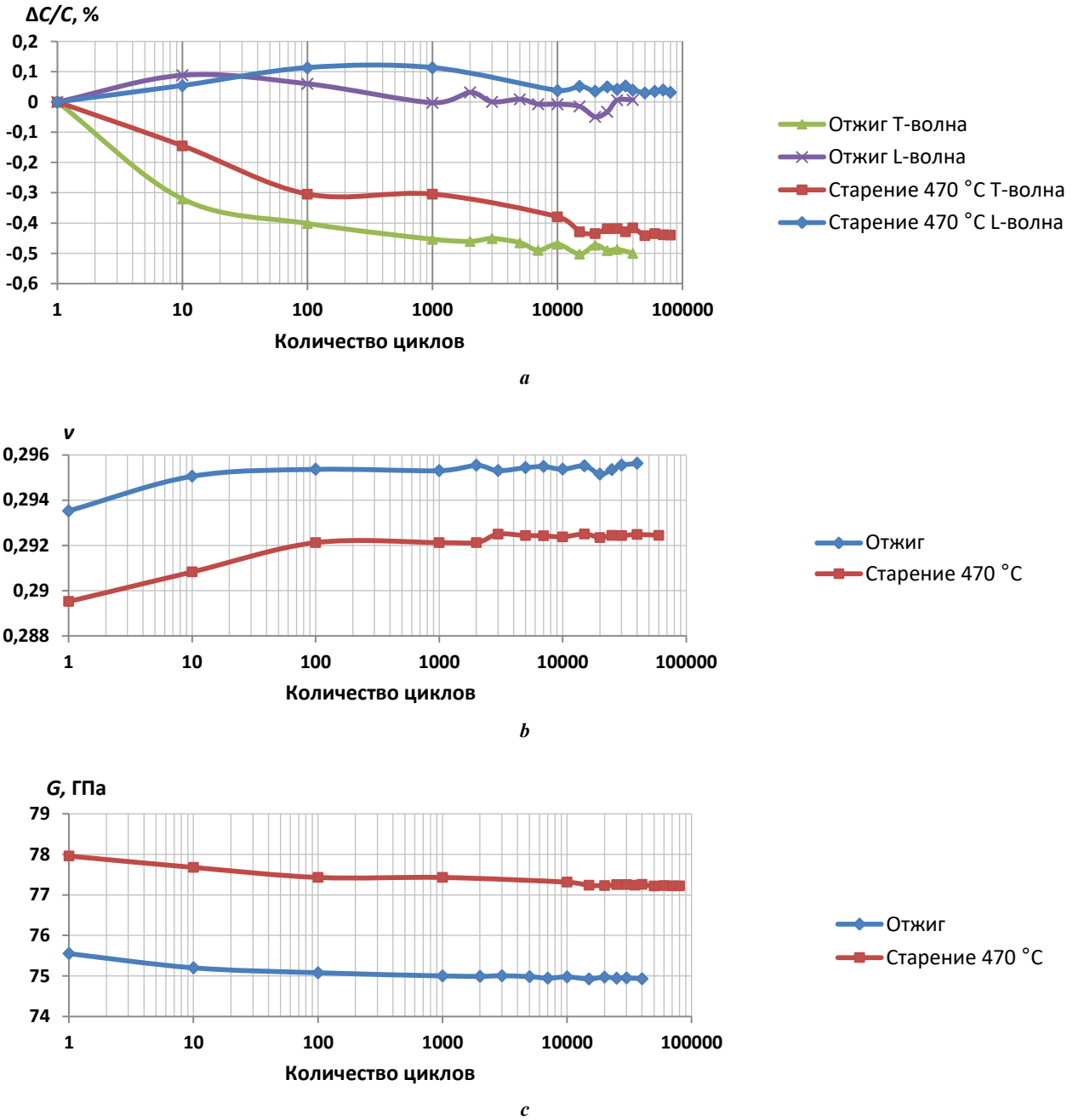
Следует отметить, что в процессе растяжения наблюдается увеличение эффективности ЭМА-преобразования (рис. 8). Оно носит нелинейный характер: медленное увеличение при малых нагрузках, более резкий рост при нагрузках, приближающихся к пределу текучести материала. В области высоких нагрузок наблюдается снижение коэффициента ЭМА-преобразования, что объясняется уменьшением радиуса образца вблизи площадки текучести, а следовательно, увеличением зазора между ЭМА-преобразователем и объектом контроля, что приводит к уменьшению вихревых токов в поверхностном слое образца. При прочих равных условиях коэффициент ЭМА-преобразования имеет максимальное значение для образца № 2 (старение при 470 °C) (таблица 3) и коррелирует с максимальными значениями твердости образца (таблица 1) и максимальной коэрцитивной силой (таблица 2), что соответствует общепринятым представлениям о влиянии магнитных свойств материала на эффективность ЭМА-преобразования.

После снятия нагрузки изменения скоростей акустических волн практически не наблюдаются. При этом существенно растет электропроводность для всех видов термической обработки.

Наблюдаемое на начальном этапе (10 циклов) линейное уменьшение относительного изменения скорости по-

перечной волны (рис. 7) до 0,32 % для образца после отжига и до 0,14 % для образца после старения является следствием преднагружения образца (до 359 МПа для образца после отжига и до 490 МПа для образца после старения) и соответствует значению, полученному при статическом одноосном растяжении. Для образца после отжига последующее увеличение числа циклов ведет к менее существенному уменьшению скорости поперечной волны и дальнейшей стабилизации значений в области от 1000 циклов и выше. Изменения скорости при количестве циклов более 1000 находятся в пределах погрешности измерений и обусловлены в первую очередь небольшими колебаниями температур. Для образца после старения подобная закономерность наблюдается с более нелинейным характером кривой. Следует отметить, что при малом количестве циклов наблюдается незначительное (в сравнении с поперечной волной) увеличение скорости продольной волны с последующим ее уменьшением при большом количестве циклов. Указанные различия в поведении продольных и поперечных волн по мере увеличения циклов нагружения приводят к изменениям упругих модулей в процессе циклических испытаний, представленных на рис. 7 б, 7 с.

Следует отметить, что дальнейшее увеличение количества циклов до  $4 \cdot 10^5$  и увеличение амплитуды нагружения



**Рис. 7.** Изменение скоростей объемных волн (а), модуля сдвига (b) и коэффициента Пуассона (с) от количества циклов растяжения-сжатия  
**Fig. 7.** Change in bulk wave velocity (a), shear modulus (b) and Poisson's ratio (c) depending on the number of tension-compression cycles

**Таблица 3.** Коэффициенты акустоупругости и коэффициента ЭМА-преобразования исследованных образцов  
**Table 3.** Acoustoelasticity coefficients and EMA-transformation coefficient of the studied samples

Характеристика	Режимы термической обработки		
	Отжиг	Старение при 470 °C	Старение при 565 °C
Коэффициент акустоупругости, $k, \text{ТПа}^{-1}$	-9,2	-6,9	-5,7
Коэффициент ЭМА-преобразования, $K_{\text{ЭМА}}, \text{МВ}$	966	1 128	666

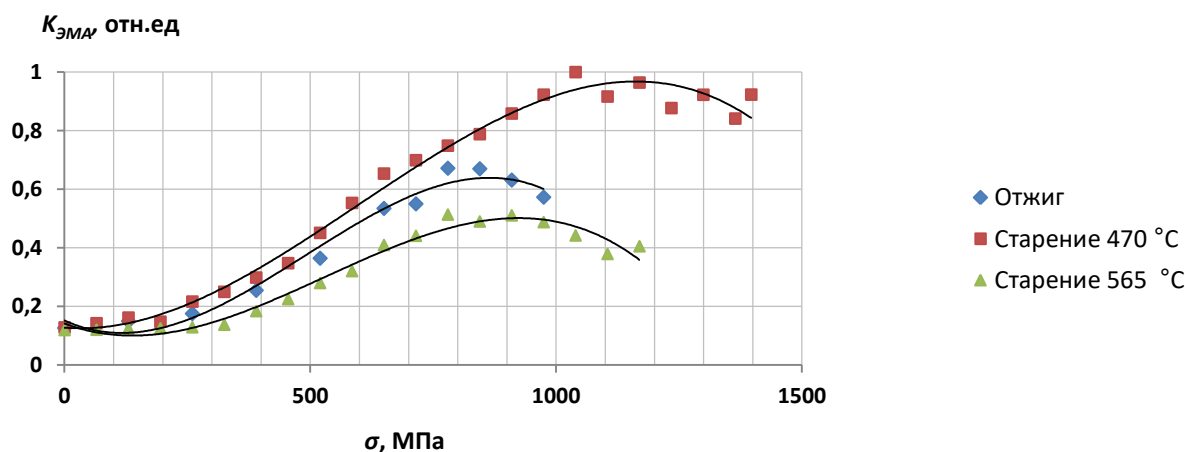


Рис. 8. Изменение относительного коэффициента ЭМА-преобразования в процессе растяжения  
 Fig. 8. Change in relative EMA-transformation coefficient in the process of tension

до 0,8 от предела текучести не привело к разрушению ни одного из образцов. Учитывая, что процесс зарождения и накопления микротрещин должен вести к уменьшению скорости с увеличением нагрузки [19; 22], можно предположить, что он не является определяющим в поведении указанных кривых. Вероятно, стабилизация поведения кривых в процессе нагружения обусловлена появлением в микроструктуре стали ХМ-12 характерной для указанных материалов упрочняющей фазы мартенсита деформации, которая может замещать остаточный аустенит.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Исследование акустических характеристик образцов мартенситно-стареющей стали ХМ-12 после термических обработок отжига на твердый раствор и последующего старения в условиях механических растягивающих и циклических нагрузок показало наличие следующих структурно-чувствительных параметров: скорости поперечной волны осевой поляризации, упругого модуля сдвига, коэффициента Пуассона, коэффициента акустической анизотропии, коэффициента акустоупругости, коэффициентов двойного электромагнитно-акустического преобразования, электропроводности и коэрцитивной силы.

Установлено, что минимальные значения скоростей продольных, поперечных и рэлеевских волн для сплава ХМ-12 наблюдаются после отжига на твердый раствор. Скорость поперечной волны с поляризацией в направлении действия силы в упругой области механического нагружения уменьшается прямо пропорционально нагрузке, при этом максимальное значение акустоупругого коэффициента соответствует образцу после отжига ( $-9,2 \text{ ТПа}^{-1}$ ). Модули Юнга и сдвига линейно уменьшаются, а коэффициент Пуассона, напротив, линейно увеличивается в диапазоне исследуемых нагрузок. Увеличение числа циклов ведет к уменьшению скорости поперечной волны в диапазоне до 1000 циклов и дальнейшей стабилизации значений в области более высоких значений.

Разработанный для исследований бесконтактный акустический зеркально-теневой метод, основанный на многократных отражениях, и реализующее его оборудование с применением бесконтактных ЭМА-принципов возбуждения и приема волн могут эффективно использоваться для задач акустической структуроскопии, при оценке напряженно-деформированного состояния, в циклических испытаниях и других видах воздействий для широкого класса металлов и сплавов с особыми свойствами.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Еремин Е.Н., Лосев А.С., Пономарев И.А., Бородин С.А. Влияние режимов термической обработки на структуру, свойства и фазовый состав стали 10Г7М3С2АФТЮ, наплавленной порошковой проволокой // Научные технологии в машиностроении. 2020. № 5. С. 3–8. DOI: [10.30987/2223-4608-2020-5-3-8](https://doi.org/10.30987/2223-4608-2020-5-3-8).
2. Громов В.И., Якушева Н.А., Полунов И.Л. Оценка влияния режимов термической обработки на уровень механических свойств мартенситостареющих сталей системы легирования Fe–Ni–Mo–Ti–Al // Труды ВИАМ. 2017. № 11. С. 12–20. DOI: [10.18577/2307-6046-2017-0-11-2-2](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-11-2-2).
3. Couturier L., De Geuser F., Deschamps A. Microstructural evolution during long time aging of 15–5PH stainless steel // Materialia. 2020. Vol. 9. Article number 100634. DOI: [10.1016/j.mtla.2020.100634](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100634).
4. Niu Jingpeng, Cui Bing, Jin Huijin, Yan Jialing, Meng Wei, Min Chunying, Xu Dong. Effect of Post-Weld Aging Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Weld Metal of 15-5 PH // Journal of Materials Engineering and Performance. 2020. Vol. 29. P. 7026–7033. DOI: [10.1007/s11665-020-05193-y](https://doi.org/10.1007/s11665-020-05193-y).
5. Jin Chunhui, Zhou Honglin, Lai Yuan, Li Bei, Zhang Ke-wei, Chen Huiqin, Zhao Jinhua. Microstructure and mechanical properties of 15-5 PH stainless steel under different aging temperature // Metallurgical Research and

- Technology. 2021. Vol. 118. № 6. Article number 601. DOI: [10.1051/metal/2021078](https://doi.org/10.1051/metal/2021078).
6. Valiorgue F., Zmelty V., Dumas M., Chomienne V., Verdu C., Lefebvre F., Rech J. Influence of residual stress profile and surface microstructure on fatigue life of a 15-5PH // *Procedia Engineering*. 2018. Vol. 213. P. 623–629. DOI: [10.1016/j.proeng.2018.02.058](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2018.02.058).
  7. Zhou Tao, Faleskog J., Babu R.P., Odqvist J., Yu Hao, Hedström P. Exploring the relationship between the microstructure and strength of fresh and tempered martensite in a maraging stainless steel Fe–15Cr–5Ni // *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 745. P. 420–428. DOI: [10.1016/j.msea.2018.12.126](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.126).
  8. Avula I., Arohi A.Ch., Kumar Ch.S., Sen I. Microstructure, Corrosion and Mechanical Behavior of 15-5 PH Stainless Steel Processed by Direct Metal Laser Sintering // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2021. Vol. 30. P. 6924–6937. DOI: [10.1007/s11665-021-06069-5](https://doi.org/10.1007/s11665-021-06069-5).
  9. Nong X.D., Zhou X.L., Li J.H., Wang Y.D., Zhao Y.F., Brochu M. Selective laser melting and heat treatment of precipitation hardening stainless steel with a refined microstructure and excellent mechanical properties // *Scripta Materialia*. 2020. Vol. 178. P. 7–12. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2019.10.040](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.10.040).
  10. Sarkar S., Mukherjee S., Kumar Ch.S., Nath A.K. Effects of heat treatment on microstructure, mechanical and corrosion properties of 15-5 PH stainless steel parts built by selective laser melting process // *Journal of Manufacturing Processes*. 2020. Vol. 150. P. 279–294. DOI: [10.1016/j.jmapro.2019.12.048](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.12.048).
  11. Sarkar S., Kumar Ch.S., Nath A.K. Effects of heat treatment and build orientations on the fatigue life of selective laser melted 15-5 PH stainless steel // *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 755. P. 235–245. DOI: [10.1016/j.msea.2019.04.003](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.003).
  12. Горкунов Э.С., Поволоцкая А.М., Задворкин С.М., Путилова Е.А., Мушников А.Н., Базулин Е.Г., Вopilкин А.Х. Особенности поведения магнитных и акустических характеристик горячекатаной стали 08Г2Б при циклическом нагружении // *Дефектоскопия*. 2019. № 11. С. 21–31. DOI: [10.1134/S0130308219110034](https://doi.org/10.1134/S0130308219110034).
  13. Takeda S., Uchimoto T., Kita A., Matsumoto T., Sasaki T. Mechanism study of the residual stress evaluation of low-carbon steels using the eddy current magnetic signature method // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2021. Vol. 538. Article number 168268. DOI: [10.1016/j.jmmm.2021.168268](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2021.168268).
  14. Мишакин В.В., Гончар А.В., Ключников В.А., Курашкин К.В. Исследование влияния пластического деформирования на кристаллографическую текстуру и ультразвуковые характеристики низколегированной стали // *Проблемы прочности и пластичности*. 2021. Т. 83. № 3. С. 255–264. DOI: [10.32326/1814-9146-2021-83-3-255-264](https://doi.org/10.32326/1814-9146-2021-83-3-255-264).
  15. Гончар А.В., Ключников В.А., Мишакин В.В. Влияние пластического деформирования и последующей термообработки на акустические и электромагнитные свойства стали 12Х18Н10Т // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2019. Т. 85. № 2. С. 23–28. DOI: [10.26896/1028-6861-2019-85-2-23-28](https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-2-23-28).
  16. Mishakin V.V., Gonchar A.V., Kurashkin K.V., Klyushnikov V.A., Kachanov M. On low-cycle fatigue of austenitic steel. Part I: Changes of Poisson's ratio and elastic anisotropy // *International Journal of Engineering Science*. 2021. Vol. 168. Article number 103567. DOI: [10.1016/j.ijengsci.2021.103567](https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2021.103567).
  17. Углов А.Л., Хлыбов А.А., Бычков А.Л., Кувшинов М.О. О неразрушающем контроле остаточных напряжений в деталях осесимметричной формы из стали 03Н17К10В10МТ // *Вестник ИжГТУ имени М.Т. Калашникова*. 2019. Т. 22. № 4. С. 3–9. DOI: [10.22213/2413-1172-2019-4-3-9](https://doi.org/10.22213/2413-1172-2019-4-3-9).
  18. Муравьев В.В., Тапков К.А., Леньков С.В. Неразрушающий контроль внутренних напряжений в рельсах при изготовлении с использованием метода акустоупругости // *Дефектоскопия*. 2019. № 1. С. 10–16. DOI: [10.1134/S01303082190100020](https://doi.org/10.1134/S01303082190100020).
  19. Хлыбов А.А., Кабалдин Ю.Г., Рябов Д.А., Аносов М.С., Шагатин Д.А. Исследование поврежденности образцов из стали 12Х18Н10Т при малоциклового усталости методами неразрушающего контроля // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. 2021. Т. 87. № 5. С. 61–67. DOI: [10.26896/1028-6861-2021-87-5-61-67](https://doi.org/10.26896/1028-6861-2021-87-5-61-67).
  20. Муравьева О.В., Муравьев В.В., Башарова А.Ф., Синцов М.А., Богдан О.П. Влияние термической обработки и структурного состояния стали 40Х пруткового сортамента на скорость ультразвуковых волн и коэффициент Пуассона // *Сталь*. 2020. № 8. С. 63–68. EDN: [MKTWDN](https://www.edn.ru/mktwdn).
  21. Муравьев В.В., Муравьева О.В., Вагапов Т.Р., Макарова В.Е., Степанова Е.А. Акустические и электромагнитные свойства заготовок стволы гражданских ружей // *Интеллектуальные системы в производстве*. 2023. Т. 21. № 1. С. 59–70. EDN: [KBBVGW](https://www.edn.ru/kbbvgw).
  22. Муравьев В.В., Будрин А.Ю., Синцов М.А. Влияние циклически изменяющихся нагрузок на скорости сдвиговых и рэлеевских волн в стальных прутках разной термической обработки // *Интеллектуальные системы в производстве*. 2020. Т. 18. № 4. С. 4–10. DOI: [10.22213/2410-9304-2020-4-10](https://doi.org/10.22213/2410-9304-2020-4-10).
  23. Муравьев В.В., Будрин А.Ю., Синцов М.А. Структуроскопия термически обработанных стальных прутков по скорости распространения рэлеевских волн // *Интеллектуальные системы в производстве*. 2020. Т. 18. № 2. С. 37–43. DOI: [10.22213/2410-9304-2020-2-37-43](https://doi.org/10.22213/2410-9304-2020-2-37-43).
  24. Муравьева О.В., Брестер А.Ф., Муравьев В.В. Сравнительная чувствительность информативных параметров электромагнитно-акустического зеркально-теневоего метода на многократных отражениях при контроле пруткового проката // *Дефектоскопия*. 2022. № 8. С. 36–51. EDN: [BQEKGO](https://www.edn.ru/bqekgo).
  25. Kazantseva N.V., Merkushev A.G., Shishkin D.A., Ezhov I.V., Davidov D.I., Rigmant M.B., Terentev P.B., Egorova L.Yu. Magnetic Properties and Structure of Products from 1.4540 Stainless Steel Manufactured by 3D Printing // *Physics of Metals and Metallography*. 2019. Vol. 120. P. 1270–1275. DOI: [10.1134/S0031918X19130118](https://doi.org/10.1134/S0031918X19130118).

## REFERENCES

1. Eremin E.N., Losev A.S., Ponomarev I.A., Borodikhin S.A. Thermal treatment impact upon structure, properties and phase structure of steel 10G7M3S2AFTYU



- weld with powder wire. *Science intensive technologies in mechanical engineering*, 2020, no. 5, pp. 3–8. DOI: [10.30987/2223-4608-2020-5-3-8](https://doi.org/10.30987/2223-4608-2020-5-3-8).
2. Gromov V.I., Yakusheva N.A., Polunov I.L. Evaluation of the effect of heat treatment on mechanical properties of maraging steels in the alloying system Fe–Ni–Mo–Ti–Al. *Trudy VIAM (Proceedings of VIAM)*, 2017, no. 11, pp. 12–20. DOI: [10.18577/2307-6046-2017-0-11-2-2](https://doi.org/10.18577/2307-6046-2017-0-11-2-2).
  3. Couturier L., De Geuser F., Deschamps A. Microstructural evolution during long time aging of 15–5PH stainless steel. *Materialia*, 2020, vol. 9, article number 100634. DOI: [10.1016/j.mtla.2020.100634](https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100634).
  4. Niu Jingpeng, Cui Bing, Jin Huijin, Yan Jialing, Meng Wei, Min Chunying, Xu Dong. Effect of Post-Weld Aging Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Weld Metal of 15-5 PH. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2020, vol. 29, pp. 7026–7033. DOI: [10.1007/s11665-020-05193-y](https://doi.org/10.1007/s11665-020-05193-y).
  5. Jin Chunhui, Zhou Honglin, Lai Yuan, Li Bei, Zhang Ke-wei, Chen Huiqin Zhao Jinhua. Microstructure and mechanical properties of 15-5 PH stainless steel under different aging temperature. *Metallurgical Research and Technology*, 2021, vol. 118, no. 6, article number 601. DOI: [10.1051/metal/2021078](https://doi.org/10.1051/metal/2021078).
  6. Valiorgue F., Zmelty V., Dumas M., Chomienne V., Verdu C., Lefebvre F., Rech J. Influence of residual stress profile and surface microstructure on fatigue life of a 15-5PH. *Procedia Engineering*, 2018, vol. 213, pp. 623–629. DOI: [10.1016/j.proeng.2018.02.058](https://doi.org/10.1016/j.proeng.2018.02.058).
  7. Zhou Tao, Faleskog J., Babu R.P., Odqvist J., Yu Hao, Hedström P. Exploring the relationship between the microstructure and strength of fresh and tempered martensite in a maraging stainless steel Fe–15Cr–5Ni. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 745, pp. 420–428. DOI: [10.1016/j.msea.2018.12.126](https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.12.126).
  8. Avula I., Arohi A.Ch., Kumar Ch.S., Sen I. Microstructure, Corrosion and Mechanical Behavior of 15-5 PH Stainless Steel Processed by Direct Metal Laser Sintering. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2021, vol. 30, pp. 6924–6937. DOI: [10.1007/s11665-021-06069-5](https://doi.org/10.1007/s11665-021-06069-5).
  9. Nong X.D., Zhou X.L., Li J.H., Wang Y.D., Zhao Y.F., Brochu M. Selective laser melting and heat treatment of precipitation hardening stainless steel with a refined microstructure and excellent mechanical properties. *Scripta Materialia*, 2020, vol. 178, pp. 7–12. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2019.10.040](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2019.10.040).
  10. Sarkar S., Mukherjee S., Kumar Ch.S., Nath A.K. Effects of heat treatment on microstructure, mechanical and corrosion properties of 15-5 PH stainless steel parts built by selective laser melting process. *Journal of Manufacturing Processes*, 2020, vol. 150, pp. 279–294. DOI: [10.1016/j.jmapro.2019.12.048](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.12.048).
  11. Sarkar S., Kumar Ch.S., Nath A.K. Effects of heat treatment and build orientations on the fatigue life of selective laser melted 15-5 PH stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, vol. 755, pp. 235–245. DOI: [10.1016/j.msea.2019.04.003](https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.003).
  12. Gorkunov E.S., Povolotskaya A.M., Zadvorin S.M., Putilova E.A., Mushnikov A.N., Bazulin E.G., Vopilkin A.K. Some features in the behavior of magnetic and acoustic characteristics of hot-rolled 08G2B steel under cyclic loading. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2019, vol. 55, no. 11, pp. 827–836. DOI: [10.1134/S0130308219110034](https://doi.org/10.1134/S0130308219110034).
  13. Takeda S., Uchimoto T., Kita A., Matsumoto T., Sasaki T. Mechanism study of the residual stress evaluation of low-carbon steels using the eddy current magnetic signature method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2021, vol. 538, article number 168268. DOI: [10.1016/j.jmmm.2021.168268](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2021.168268).
  14. Mishakin V.V., Gonchar A.V., Klyushnikov V.A., Kurashkin K.V. Study of the effect of plastic deformation on the crystallographic texture and acoustic characteristics of low-alloy steel. *Problems of Strength and Plasticity / Problemy prochnosti i plastichnosti*, 2021, vol. 83, no. 3, pp. 255–264. DOI: [10.32326/1814-9146-2021-83-3-255-264](https://doi.org/10.32326/1814-9146-2021-83-3-255-264).
  15. Gonchar A.V., Klyushnikov V.A., Mishakin V.V. The effect of plastic deformation and subsequent heat treatment on the acoustic and magnetic properties of 12Kh18N10T steel. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*, 2019, vol. 85, no. 2, pp. 23–28. DOI: [10.26896/1028-6861-2019-85-2-23-28](https://doi.org/10.26896/1028-6861-2019-85-2-23-28).
  16. Mishakin V.V., Gonchar A.V., Kurashkin K.V., Klyushnikov V.A., Kachanov M. On low-cycle fatigue of austenitic steel. Part I: Changes of Poisson’s ratio and elastic anisotropy. *International Journal of Engineering Science*, 2021, vol. 168, article number 103567. DOI: [10.1016/j.ijengsci.2021.103567](https://doi.org/10.1016/j.ijengsci.2021.103567).
  17. Uglov A.L., Khlybov A.A., Bychkov A.L., Kuvshinov M.O. About Non-Destructive Control of Residual Stresses in Axisymmetric Parts Made of Steel 03Ni17Co10W10MoTi. *Vestnik IzhGTU imeni M.T. Kalashnikova*, 2019, vol. 22, no. 4, pp. 3–9. DOI: [10.22213/2413-1172-2019-4-3-9](https://doi.org/10.22213/2413-1172-2019-4-3-9).
  18. Muravev V.V., Lenkov S.V., Tapkov K.A. In-production nondestructive testing of internal stresses in rails using acoustoelasticity method. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2019, vol. 55, no. 1, pp. 8–14. DOI: [10.1134/S01303082190100020](https://doi.org/10.1134/S01303082190100020).
  19. Khlybov A.A., Kabaldin Yu.G., Ryabov D.A., Anosov M.S., Shagatin D.A. Study of the damage to 12Cr18Ni10Ti steel samples under low cycle fatigue using methods of nondestructive control. *Industrial laboratory. Diagnostics of materials*, 2021, vol. 87, no. 5, pp. 61–67. DOI: [10.26896/1028-6861-2021-87-5-61-67](https://doi.org/10.26896/1028-6861-2021-87-5-61-67).
  20. Muraveva O.V., Muravev V.V., Basharova A.F., Sintsov M.A., Bogdan O.P. Thermal treatment effect and structural state of rod-shaped assortment 40Kh steel on the speed of ultrasound waves and poisson coefficient. *Steel in Translation*, 2020, vol. 50, no. 8, pp. 579–584. EDN: [MKTWDN](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.12.048).
  21. Muravev V.V., Muraveva O.V., Vagapov T.R., Makarova V.E., Stepanova E.A. Acoustic and electromagnetic properties of civilian gun blanks. *Intelligent Systems in Manufacturing*, 2023, vol. 21, no. 1, pp. 59–70. EDN: [KBBVGW](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.12.048).
  22. Muravev V.V., Budrin A.Yu., Sintsov M.A. Influence of high-cycle fatigue on the speed of shear and Rayleigh waves in steel bars of different heat treatment. *Intelligent Systems in Manufacturing*, 2020, vol. 18, no. 4, pp. 4–10. DOI: [10.22213/2410-9304-2020-4-10](https://doi.org/10.22213/2410-9304-2020-4-10).
  23. Muravev V.V., Budrin A.Yu., Sintsov M.A. Structuroscopy of heat-treated steel bars by the speed of propaga-



- tion of Rayleigh waves. *Intelligent Systems in Manufacturing*, 2020, vol. 18, no. 2, pp. 37–43. DOI: [10.22213/2410-9304-2020-2-37-43](https://doi.org/10.22213/2410-9304-2020-2-37-43).
24. Muraveva O.V., Brester A.F., Muravev V.V. Comparative sensitivity of informative parameters of electromagnetic-acoustic mirror-shadow multiple reflections method during bar stock testing. *Russian Journal of Nondestructive Testing*, 2022, vol. 58, no. 8, pp. 689–704. EDN: [BQEKGO](https://doi.org/10.1134/S0031918X19130118).
25. Kazantseva N.V., Merkushev A.G., Shishkin D.A., Ezhov I.V., Davidov D.I., Rigmant M.B., Terentev P.B., Egorova L.Yu. Magnetic Properties and Structure of Products from 1.4540 Stainless Steel Manufactured by 3D Printing. *Physics of Metals and Metallography*, 2019, vol. 120, pp. 1270–1275. DOI: [10.1134/S0031918X19130118](https://doi.org/10.1134/S0031918X19130118).

## Acoustic properties of 15-5 PH maraging steel after energy deposition

© 2024

**Olga V. Muravieva**<sup>1,2,3</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, professor of Chair “Instruments and Methods of Measurements, Testing, Diagnostics”

**Vitaly V. Muraviev**<sup>1,2,4</sup>, Doctor of Sciences (Engineering), Professor, professor of Chair “Instruments and Methods of Measurements, Testing, Diagnostics”

**Lyudmila V. Volkova**<sup>1,5</sup>, PhD (Engineering), Associate Professor, assistant professor of Chair “Instruments and Methods of Measurements, Testing, Diagnostics”

**Aleksey L. Vladykin**<sup>\*1,6</sup>, postgraduate student

**Konstantin Yu. Belosludtsev**<sup>1</sup>, graduate student

<sup>1</sup>Kalashnikov Izhevsk State Technical University, Izhevsk (Russia)

<sup>2</sup>Udmurt Federal Research Center of the Ural branch of the RAS, Izhevsk (Russia)

\*E-mail: pmkk@istu.ru,  
vladykin-ndt@mail.ru

<sup>3</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3442-8163>

<sup>4</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-8590-1382>

<sup>5</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-5128-6465>

<sup>6</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0006-1813-2011>

Received 05.07.2023

Accepted 28.11.2023

**Abstract:** The study of the acoustic properties of maraging steels operated under various energy force and temperature actions is a critical task, since it is the method of acoustic structuroscopy that provides the most reliable connection with the structure, stress-strain state and mechanical properties of steels. The paper is devoted to research of the acoustic properties of the 15-5 PH maraging steel samples under various types of heat treatment under the conditions of mechanical tensile and cyclic loads. Samples of the 15-5 PH maraging steel were studied in three structural states: solid solution annealing and subsequent aging at 470 and 565 °C; during tensile tests; during cyclic tension-compression loading. The research used a unique scientific installation “Information-measuring complex for investigation of acoustic properties of materials and products”. It implements the acoustic mirror-shadow multiple reflections method using electromagnetic-acoustic and piezoelectric transducers based on polyvinylidene fluoride film to excite and receive waves and allows determining the velocity of wave propagation with an error of no more than 2 m/s. The acoustic (wave velocity, elastic moduli, electromagnetic-acoustical (EMA) transformation coefficients, acoustic anisotropy coefficients, acoustoelastic coupling coefficients) and electromagnetic (coercive force and electrical conductivity) characteristics of the samples were examined. The samples were studied in the initial state (before loading); stepwise in the process of tensile loads and subsequent unloading; after tensile tests; during cyclic tension-compression loading. It was revealed that the following acoustic parameters of 15-5 PH steel samples are the greatest structural sensitivity to mechanical tensile load and cyclic loading: transverse wave velocity, Poisson’s ratio, double EMA-transformation coefficient, and acoustic anisotropy coefficient.

**Keywords:** 15-5 PH maraging steel; acoustic properties; heat treatment; mechanical tensile load; cyclic loading.

**Acknowledgements:** The study was supported by the grant of the Russian Science Foundation (project No. 22-19-00252, <https://rscf.ru/project/22-19-00252/>) using the Unique Scientific Installation “Information-measuring complex for investigation of acoustic properties of materials and products” (registration number 586308).

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:** Muravieva O.V., Muraviev V.V., Volkova L.V., Vladykin A.L., Belosludtsev K.Yu. Acoustic properties of 15-5 PH maraging steel after energy deposition. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 87–100. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-2-68-8](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-2-68-8).

## Качество обработки поверхности и эффективность резания в кунжутном масле во время механической обработки: регрессионный анализ

© 2024

*Шайлеш Рао А.*, кандидат наук, профессор, кафедра машиностроения*Политехнический институт Нитте Минакии, Бангалор (Индия)*

E-mail: shailesh.rao@nmit.ac.in

ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6190-9857>

Поступила в редакцию 31.08.2023

Принята к публикации 19.02.2024

**Аннотация:** В исследовании оценивается возможность использования кунжутного масла в качестве экологически чистой смазочно-охлаждающей жидкости при токарной обработке. Проведены эксперименты для определения влияния радиуса закругления вершины и переднего угла инструмента на износ инструмента, формирование поверхности и силу резания. Кроме того, были исследованы различные смазочные материалы, такие как смазочно-охлаждающие жидкости на нефтяной основе и биомасла, с целью определения их потенциала для минимизации трения, выделения тепла и износа инструмента во время обработки. Установлено, что по сравнению с сухим резанием и обычными смазками на нефтяной основе кунжутное масло обеспечивает более гладкую поверхность и снижает силу резания. Взаимосвязь между параметрами резания и качеством обработки поверхности анализировалась с использованием статистического моделирования. Для количественной оценки корреляций и значимости предиктора использовались коэффициент детерминации ( $R$ -квадрат) и  $p$ -значения. Результаты подчеркивают эффективность использования кунжутного масла в качестве смазочно-охлаждающей жидкости и важность оптимизации параметров процесса для повышения эффективности обработки.

**Ключевые слова:** эффективность резания в кунжутном масле; механическая обработка в кунжутном масле; смазывающе-охлаждающая жидкость; надежная обработка; качество обработки поверхности; износ инструмента; передний угол; радиус закругления вершины.

**Для цитирования:** Шайлеш Рао А. Качество обработки поверхности и эффективность резания в кунжутном масле во время механической обработки: регрессионный анализ // *Frontier Materials & Technologies*. 2024. № 2. С. 101–111. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-9.

### ВВЕДЕНИЕ

Выбор смазочно-охлаждающей жидкости (СОЖ) имеет решающее значение при механической обработке, поскольку напрямую влияет на качество поверхности и эффективность резания. СОЖ создает защитный барьер между режущим инструментом и заготовкой, уменьшая износ инструмента и трение. Использование биомасел в процессе механической обработки в недавних исследованиях продемонстрировало увеличение эффективности резания и улучшение качества поверхности за счет изменения контактного взаимодействия инструмента с заготовкой.

В традиционных режимах обработки динамическое взаимодействие между режущим инструментом и заготовкой играет ключевую роль в достижении желаемой шероховатости и формы поверхности. Контакт, определяемый режущим движением, приводит к удалению металлов с поверхности, приданию заготовке заданной инструментом формы и побуждает к исследованию механизмов резания [1]. Процессы резания имеют широкий спектр технических характеристик, включая качество поверхности, точность, износ инструмента, образование стружки, образование заусенцев, выбор материала и др. [2]. Совокупность этих параметров обуславливает проведение исследований, направленных на получение полного представления о производственной механической обработке. Основной сложностью здесь является энергоэффективность производства. Неподходящие параметры процесса могут привести к увеличению энергопотребле-

ния и себестоимости продукции [3]. Таким образом, тщательный выбор оптимальных параметров процесса обработки становится необходимым.

В области совершенствования процесса обработки поводом для беспокойства является изменение геометрии кромки, вершины резца и износ передней и задней поверхностей. Определение параметров обработки заготовки имеет решающее значение для получения поверхности с заданными желаемыми характеристиками. Стандартные параметры токарной обработки, если они подобраны недостаточно тщательно, могут привести к получению неоптимальной поверхности и ускорить износ инструмента. Чтобы решить эту проблему, исследовались вибрация и нестабильность токарных инструментов [4]. Последствиями вибрации инструмента являются неудовлетворительная шероховатость поверхности, шум и притупление кромок, что подчеркивает сложное взаимодействие элементов в достижении желаемой точности обработки.

Авторы [5] исследовали износ и долговечность инструмента при точении алюминиевых сплавов. Исследование включало последовательные изменения переднего угла и других важных параметров процесса, чтобы определить их влияние на долговечность инструмента. Положительный передний угол увеличил срок службы инструмента в процессе обработки. Выявление соответствующей конфигурации инструмента улучшает условия токарной обработки, а улучшение обрабатываемости достигается за счет точной регулировки вершины

токарного резца по высоте, а также ее угла и отклонения [6]. Радиус закругления вершины является критическим параметром, который следует учитывать при оценке процессов токарной обработки, поскольку он оказывает существенное влияние на результаты механической обработки. Существуют подробные исследования, посвященные тепловыделению, влиянию переднего угла на формирование поверхности и стойкости инструмента при обработке твердых материалов [7]. Сила резания определяется с помощью динамометра токарного станка для различных отрицательных и положительных передних углов. Примечательно, что положительные передние углы помогли уменьшить силу резания [8].

Изменение параметров процесса обработки, таких как скорость резания и скорость подачи, приводит к затуплению профиля инструмента и радиуса закругления вершины, что ускоряет износ и деградацию инструмента, особенно при большей глубине резания [9; 10]. Неправильный подбор параметров имеет серьезные последствия, включая износ инструмента, повышение температуры и ухудшение качества поверхности. Передний угол является важным аспектом, определяющим производительность инструмента, и при его максимальном увеличении срок службы инструмента увеличивается. Однако это приводит к издержкам в виде износа и вибрации инструмента, что подчеркивает важность тонкого баланса при выборе параметров [11–13]. Взаимодействие между радиусом вершины и передним углом инструмента оказывает существенное влияние на профиль инструмента, а следовательно, на шероховатость обрабатываемой поверхности. Показано, что поддержание заданного диапазона радиуса вершины, например 0,4–0,5 мм, улучшает качество поверхности, особенно при резании высокопрочной нержавеющей стали AISI 1040 [14]. Более глубокие канавки, а также наличие закругления на вершине инструмента способствуют образованию лунок и фасок износа. Неправильные настройки процесса токарной обработки могут привести к образованию прерывистой стружки [15; 16]. Альтернативный метод обработки с использованием постоянного магнитного поля показал себя многообещающим в плане улучшения токарной обрабатываемости, характеристик поверхности и срока службы инструмента [10]. Эти передовые методы подчеркивают сложную связь между параметрами обработки и их существенным влиянием на производительность инструмента и свойства поверхности при металлообработке.

Площадь контакта стружки с инструментом определяется передним углом режущего инструмента. Подобрать передний угол сложно, так как любое отклонение от оптимального значения влияет на профиль инструмента и обрабатываемую поверхность. Увеличение переднего угла приводит к увеличению трения между стружкой и инструментом. Сила резания и площадь контакта уменьшаются за счет переднего угла. Существует множество исследований, посвященных влиянию различных параметров на передний угол и процессы обработки. Понять это влияние затруднительно. Проведено исследование того, как передний угол влияет на параметры обработки пластичных и хрупких материалов. Было проведено комплексное исследование для определения параметров обработки [14]. Передний угол и скорость подачи могут способствовать снижению силы резания при обработке стальных сплавов. Суще-

ствует углубленное исследование связи между вибрацией и передним углом. Амплитуда вибрации уменьшалась по мере увеличения переднего угла [17]. В другом исследовании изучалось влияние изменения переднего угла на стойкость инструмента. За счет уменьшения переднего угла вершина была затуплена. Установлено, что передний угол  $20^\circ$  дает наилучшие результаты с точки зрения срока стойкости инструмента и качества получаемой поверхности [18].

СОЖ играют важнейшую роль в уменьшении тепла, выделяемого на границе контакта стружки и инструмента в процессе резания. Эти жидкости выполняют двойную функцию: охлаждения и смазки при резании, что способствует увеличению стойкости инструмента. СОЖ, проходящие через поверхность контакта стружки и инструмента, способствуют снижению температуры резания [19]. Текущие исследования сосредоточены на альтернативных технологиях охлаждения и смазки, таких как биомасла, криогеника и охлажденный воздух, для решения экологических проблем и оптимизации процессов фрезерования [20; 21].

Поиск экологически чистых методов обработки в текущий момент в основном сосредоточен на использовании биомасел. Исследователи изучают возможность замены смазочных материалов на нефтяной основе известными безопасными биомаслами. Проводятся исследования целесообразности использования во время токарных операций растительных масел, таких как пальмовое масло и масло ши. Обнаружено улучшение качества поверхности и увеличение стойкости инструмента в процессе обработки [22]. Сравнительное исследование пальмового масла и масла ши продемонстрировало значительное повышение предельной толщины снимаемой стружки и стойкости инструмента, а также обнаружило дополнительное преимущество в виде уменьшения неприятных запахов, характерных для традиционных смазок на нефтяной основе [23]. Аналогичным образом использование во время механической обработки масла из семян ятрофы привело к снижению температуры поверхности и улучшению ее качества, что демонстрирует потенциал биомасел в улучшении обработанных поверхностей [24]. Примечательно, что по сравнению со смазочно-охлаждающими растворами на минеральной основе кокосовое масло обеспечило лучшее качество поверхности и меньшее изнашивание инструмента [25].

Как отмечают исследователи [26; 27], сравнительное изучение различных биомасел способствовало пониманию их индивидуальных свойств и характеристик. Используя статистические методы, такие как Anova, исследователи меняют параметры процесса в экспериментальных проектах, чтобы повысить эффективность использования биомасел в механической обработке [28; 29].

Исследование и прогнозирование эффективности использования различных биомасел в качестве СОЖ в операциях механической обработки можно выполнить путем внедрения передовых подходов к анализу данных [30]. Можно создать комплексную прогностическую модель для систематической оценки возможности применения и эффективности различных биомасел. Была разработана модель, которая включает сложные факторы, такие как классификация биомасел, параметры обработки (например, скорость резания, скорость подачи), свойства материала и конкретные целевые результаты

обработки [31]. Модель прогнозирования использует передовые статистические подходы и алгоритмы машинного обучения для выявления сложных закономерностей и связей в имеющихся данных. Это позволяет оценить влияние использования конкретных биомасел в качестве СОЖ [32]. Модель расширяет возможности прогнозирования для измерения критически важных показателей производительности, таких как качество обработки поверхности, скорость износа инструмента и образование стружки, для каждого вида биомасла и параметров обработки [33]. Использование прогнозного моделирования при изучении биомасел в качестве СОЖ дает исследователям глубокое понимание преимуществ и недостатков некоторых биомасел [34]. Этот аналитический метод способствует принятию обоснованных решений, оптимизации операций обработки и смягчению воздействия на окружающую среду, поощряя использование безопасных и экологически чистых СОЖ.

Согласно доступной литературе, тщательная оценка пригодности и эффективности различных биомасел в качестве СОЖ в процессах механической обработки включает в себя экспериментальные исследования, а также использование методологий прогнозного моделирования. Необходимо тщательно изучить влияние биомасел на такие важные показатели, как качество поверхности, износ инструмента, образование стружки и воздействие на окружающую среду. Согласно литературе, биомасла демонстрируют потенциал в качестве практичной и экологически безопасной замены смазочным материалам на нефтяной основе. Однако для более глубокого изучения их эксплуатационных характеристик необходимы дополнительные экспериментальные исследования в сочетании с передовыми методами прогнозного моделирования.

Необходимо проведение расширенных испытаний и создание точных прогностических моделей, способных всесторонне оценить эффективность использования биомасел в качестве смазочно-охлаждающих жидкостей. В перспективе это не только сведет к минимуму зависимость от смазочных материалов на нефтяной основе, но также поможет расширить знания о биомаслах и их использовании в производственном секторе.

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Настоящее исследование выявило, что кунжутное масло, съедобное растительное масло из зерен кунжута, является эффективной заменой минеральных масел в процессе механической обработки. В таблице 1 сравниваются характеристики кунжутного масла и масла на нефтяной основе. В исследовании использовался токарный станок средней мощности BALAJI Model 215 Super Series. Заготовки из малоуглеродистой стали AISI 1014 диаметром 20 мм и длиной 100 мм надежно удерживались в трехкулачковом патроне и вращались со скоростью 328 и 750 об/мин. Для обоих экспериментов скорость подачи поддерживалась на уровне 0,23 мм/об. Для обработки производитель INDIAN TOOL изготовил инструмент из высокопрочной стали с 10 % содержанием кобальта, квадратным сечением 12,7 мм и длиной 50 мм.

Экспериментальные работы проводились при различных передних углах инструмента (5, 8 и 11°) и радиусах вершины инструмента (1, 1,5 и 2 мм). Кунжутное масло подавалось с постоянной скоростью 50 мл/мин, тогда как масло на нефтяной основе (SAE 20W-40) подавалось со скоростью 72 мл/мин. Эксперименты проводились тремя различными способами: без СОЖ (сухой ход), с СОЖ на нефтяной основе (SAE 20W-40) и с кунжутным маслом в качестве СОЖ. Шероховатость поверхности ( $Ra$ ) заготовок определялась с помощью портативного прибора для измерения шероховатости поверхности MITUTOYO SJ-210. Эта экспериментальная установка позволила оценить эффективность использования кунжутного масла в качестве СОЖ, сравнив его воздействие на шероховатость поверхности с воздействием работы на сухую и со стандартными СОЖ на нефтяной основе. Сила резания измерялась с помощью динамометра токарного инструмента. Режущий инструмент вставлялся в динамометр и закреплялся на поперечном суппорте. Перед запуском токарного станка скорость и подача были установлены на ноль, подача к инструменту применялась автоматически. Измерения шероховатости поверхности проводились с помощью прибора Talysurf (MITUTOYO) при различных условиях резания.

Таблица 1. Характеристики смазочно-охлаждающей жидкости на нефтяной основе и кунжутного масла

Table 1. Characteristics of petroleum based oil and gingelly oil

Характеристики	СОЖ на нефтяной основе (SAE 20W-40)	Кунжутное масло
Температура вспышки	210 °C	255 °C
Температура воспламенения	215 °C	280 °C
Плотность при 50 °C	774 кг/м <sup>3</sup>	780 кг/м <sup>3</sup>
Кинематическая вязкость при 50 °C	$2,39 \times 10^{-5}$ м <sup>2</sup> /с	$3,72 \times 10^{-5}$ м <sup>2</sup> /с
Динамическая вязкость при 50 °C	$1,86 \times 10^{-3}$ Н·с/м <sup>2</sup>	$2,67 \times 10^{-3}$ Н·с/м <sup>2</sup>
Цвет	Красный	Ярко-желтый

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Рис. 1 демонстрирует заметные изменения шероховатости поверхности в зависимости от размера заготовки и типа используемых операций резания, особенно при использовании переднего угла  $5^\circ$  и радиуса закругления вершины 1 мм. Использование метода сухого резания привело к более низкому показателю шероховатости поверхности по сравнению с резанием с использованием СОЖ независимо от того, были они получены из нефти или кунжутного масла. Несмотря на это, значения шероховатости поверхности увеличивались с увеличением диаметра образца. Степень остроты режущей кромки инструмента не оказала влияния на качество обработки поверхности. Хотя некоторые образцы показали превосходное качество поверхности, другие обнаружили гораздо более высокий уровень шероховатости. Можно сделать вывод, что качество поверхности в этих условиях опреде-

ляется большим количеством параметров, нежели одна заостренность режущей кромки инструмента.

На рис. 2 показаны результаты эксперимента по влиянию более высокой скорости резания (750 об/мин) на шероховатость поверхности заготовок различного диаметра. При увеличении скорости резания до 750 об/мин при переднем угле  $5^\circ$  наблюдалось значительное увеличение шероховатости поверхности с 5,4 до 8,7 мкм. Увеличенный передний угол и радиус закругления вершины 2 мм привели к получению более гладкой поверхности и снижению силы резания. Примечательно, что при меньших радиусах закругления вершины наблюдается недостаточное сцепление инструмента с заготовкой, что приводит к разбросу значений силы резания для сухого хода и с применением СОЖ на нефтяной основе. Благодаря содержанию триглицеридов кунжутное масло продемонстрировало превосходные смазочно-охлаждающие свойства, создав

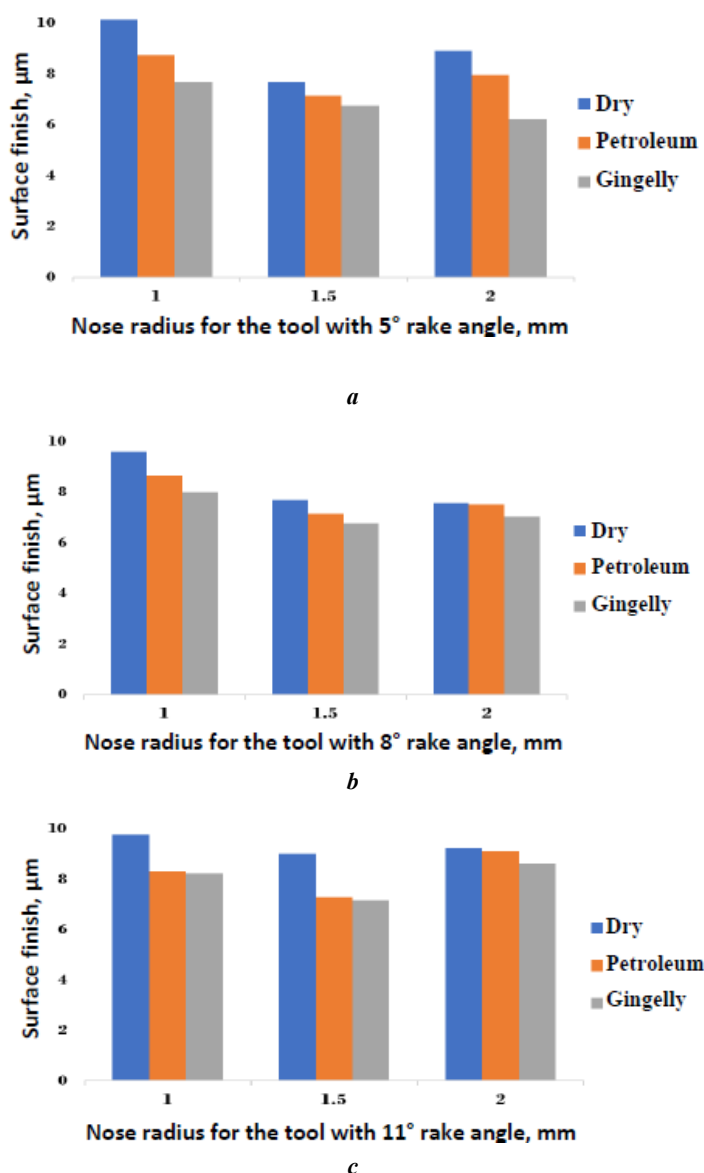
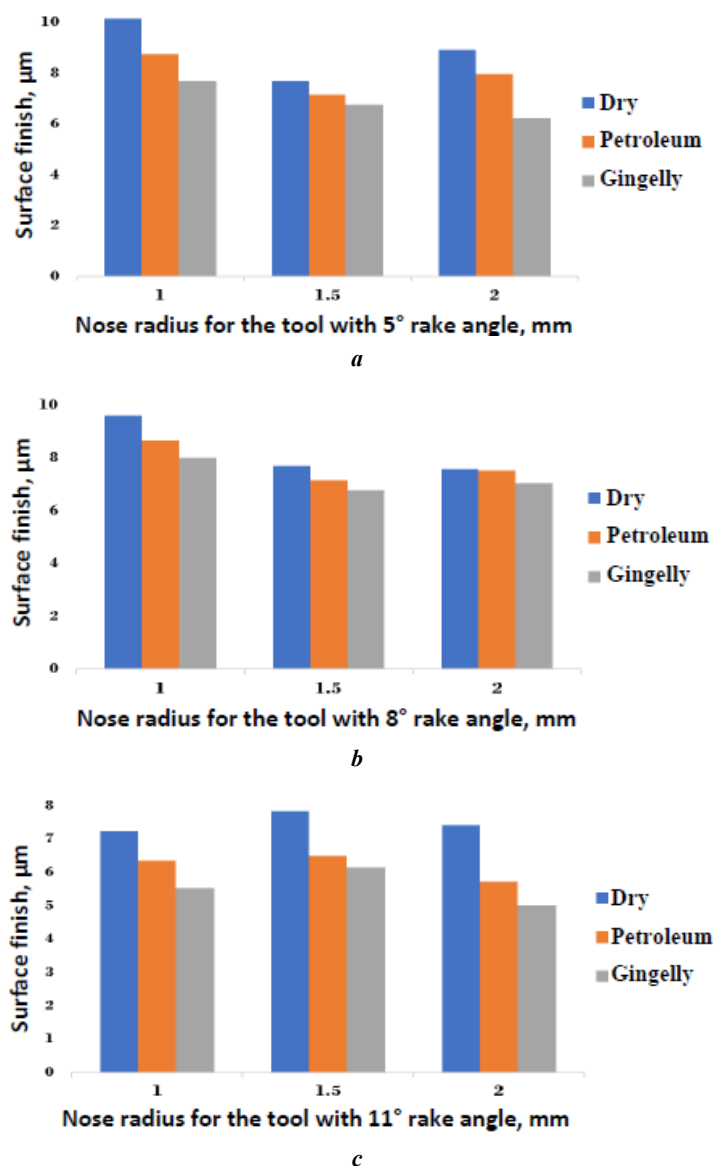


Рис. 1. Влияние на качество поверхности радиуса закругления вершины при передних углах инструмента  $5^\circ$  (a),  $8^\circ$  (b),  $11^\circ$  (c) и скорости резания 328 об/мин  
 Fig. 1. Effect of the surface finish over nose radius for the varying rake angles  $5^\circ$  (a),  $8^\circ$  (b),  $11^\circ$  (c), and cutting speed 328 rpm





**Рис. 2.** Влияние на качество поверхности радиуса закругления вершины при передних углах инструмента 5° (a), 8° (b), 11° (c) и скорости резания 720 об/мин  
**Fig. 2.** Effect of the surface finish over nose radius for the varying rake angles 5° (a), 8° (b), 11° (c), and cutting speed 720 rpm

прочную смазочную пленку, которая снизила трение и износ инструмента во время обработки и способствовала формированию наиболее гладкой поверхности обрабатываемых деталей.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

### Взаимосвязь качества обработки поверхности и различных условий смазки

Дальнейшие исследования показали, что увеличение радиуса закругления вершины режущего инструмента способствовало увеличению сцепления между инструментом и заготовкой, что привело к более стабильным показателям качества поверхности. Наиболее гладкая поверхность (с шероховатостью от 4,9 до 6 мкм) была достигнута при радиусе закругления вершины инструмента 1,5 мм, когда в качестве СОЖ использовалось

кунжутное масло. Кроме того, использование большего радиуса закругления вершины инструмента (2 мм) привело к уменьшению на 20 % шероховатости поверхности, что демонстрирует положительное влияние увеличенного радиуса закругления вершины на качество поверхности. При переходе на передний угол 8° ограниченный диапазон изменения силы резания привел к значительной разнице в качестве обработки поверхности между сухой резкой и с использованием СОЖ на нефтяной основе. Это связано с вероятными ошибками в обработке во время токарных операций. Однако, когда в качестве СОЖ использовалось кунжутное масло, контакт между режущим инструментом и заготовкой значительно улучшился, и формировалась более гладкая поверхность. Примечательно, что увеличение радиуса закругления вершины инструмента еще больше улучшило шероховатость поверхности за счет увеличения площади обработки и времени контакта между инструментом и заготовкой.

Кроме того, увеличение переднего угла снизило образование заусенцев на границе контакта «инструмент – заготовка», позволяя инструменту с большей легкостью скользить сквозь материал. Однако динамические силы должны быть сбалансированы, поскольку слишком большие передние углы не могут гарантировать более плавную работу. Оптимальный передний угол 8°, по-видимому, обеспечивает оптимальную динамическую балансировку сил, уменьшая тангенциальную силу и одновременно увеличивая осевую силу на границе с режущей кромкой инструмента. В ходе этой процедуры наблюдалось небольшое увеличение шероховатости поверхности.

В качестве СОЖ кунжутное масло продемонстрировало превосходные смазочные и охлаждающие свойства по сравнению с криогенными жидкостями, что позволило улучшить скольжение инструмента по заготовке и тем самым улучшить обрабатываемость. Использование более высоких скоростей резки (750 об/мин) и кунжутного масла помогло получить обработанную поверхность превосходного качества по сравнению

с более низкими скоростями резания. Сочетание более высокой скорости резания (750 об/мин), переднего угла 8° и радиуса закругления вершины 2 мм с кунжутным маслом в качестве СОЖ привело к значительному улучшению производительности обработки. По сравнению с другими параметрами процесса эти улучшения включали снижение силы резания (на 5–25 %) и повышение чистоты поверхности (на 2–15 %).

#### Статистическая модель

Целью статистической модели, предложенной в этом исследовании, является изучение влияния технологических факторов на качество продукции в процессе механической обработки. Полученные данные о силе резания и шероховатости сведены в таблицу Excel. Корреляционный и регрессионный анализ проводился с помощью программного обеспечения R. В таблице 2 представлены данные для образца диаметром 20 мм, в том числе радиус закругления вершины, передний угол, сила резания и качество обработки поверхности.

**Таблица 2.** Значения силы резания и шероховатости поверхности при разных параметрах процесса обработки  
**Table 2.** Cutting force and surface roughness values for the different process parameters

Передний угол	Радиус закругления вершины	Сила резания (Н)			Скорость резания (об/мин)	Шероховатость поверхности (µm)		
		сухая обработка	СОЖ на нефтяной основе	кунжутное масло		сухая обработка	СОЖ на нефтяной основе	кунжутное масло
5	1	459	451	448	328	9,350	7,388	7,455
5	1,5	466	441	438	328	9,350	7,388	7,455
5	2	452	444	319	328	8,948	7,021	5,331
8	1	444	432	420	328	6,967	6,521	5,335
8	1,5	458	451	450	328	7,161	6,661	6,117
8	2	430	437	318	328	5,636	7,963	6,548
11	1	466	458	447	328	9,788	8,327	8,221
11	1,5	473	469	446	328	9,017	7,287	7,171
11	2	441	438	318	328	9,248	9,132	8,626
5	1	470	462	444	750	10,152	8,758	7,682
5	1,5	477	461	448	750	7,682	7,152	6,758
5	2	382	343	327	750	8,920	7,980	6,230
8	1	469	450	444	750	9,596	8,651	7,989
8	1,5	476	460	454	750	7,682	7,152	6,758
8	2	360	323	310	750	7,560	7,510	7,030
11	1	472	461	457	750	7,249	6,351	5,532
11	1,5	483	462	434	750	7,847	6,490	6,143
11	2	356	317	311	750	7,420	5,730	5,020

Экспериментальное исследование показало статистически значимую обратную связь между качеством обработки поверхности и различными условиями смазки, особенно в отношении радиуса вершины и переднего угла. Коэффициенты корреляции переднего угла находились в диапазоне от  $-0,2$  до  $-0,4$ , а коэффициенты корреляции радиуса закругления вершины – от  $-0,3$  до  $-0,6$ . Обнаруженные отрицательные зависимости позволяют предположить, что увеличение переднего угла и радиуса закругления вершины повышает качество обработки поверхности.

Регрессионная модель была создана для лучшего понимания взаимосвязи между различными параметрами и качеством обработки поверхности. В исследовании основное внимание уделялось взаимодействию нескольких независимых переменных, таких как скорость резания, сила резания, передний угол и радиус закругления вершины, а также зависимой переменной – качеству обработки поверхности. Однако построенная модель множественной регрессии оказалась неэффективной, о чем свидетельствуют значения  $R$ -квадрата в диапазоне от  $-0,1$  до  $-0,3$ . Чем больше независимых параметров процесса добавлялось в модель, тем сильнее снижалась ее общая стабильность и точность. С другой стороны, исследование влияния переднего угла и силы резания при сохранении постоянной скорости резания оказалось перспективным путем улучшения модели. Скорее всего, это связано с возросшей сложностью и взаимозависимостью, вызванной введением нескольких переменных.

Кроме того, было обнаружено, что  $p$ -значения, полученные на основе модели множественной регрессии, превышают уровень значимости, равный  $0,05$ . Это показывает, что полезность предикторов для уточнения изменчивости шероховатости поверхности не достигла статистической значимости, возможно, из-за сложных взаимодействий между переменными, которые не были полностью учтены моделью.

Целью исследования являлось понимание сложной взаимосвязи между качеством обработки поверхности и критическими факторами резания в процессе механической обработки. Для устранения недостатков традиционных методологий использовались методы регрессии. С помощью традиционных подходов трудно точно определить сложные нелинейные взаимосвязи и взаимодействия между важными факторами, такими как скорость резания, сила резания, передний угол и радиус закругления вершины. Чтобы исправить этот недостаток, были внедрены разделенные стратегии, эффективные при обработке сложных взаимодействий и оценке совокупного влияния отдельных факторов на ровность поверхности. Чтобы охватить более широкий диапазон условий резания, были проведены испытания с несколькими диаметрами (8, 12 и 15 мм). Затем экспериментальные данные были систематизированы и проанализированы при различных параметрах радиуса закругления вершины и переднего угла.

Успешно исследовано влияние силы резания, диаметра и переднего угла на качество поверхности при сохранении постоянного радиуса закругления вершины. Результаты этого анализа оценивались с использованием статистических показателей, в частности значений  $R$ -квадрата и  $p$ -значений, которые показывают степень корреляции и важность предикторов. Значения  $R$ -квадрата и  $p$ -значения для различных передних углов и радиусов закругления вершины показаны в таблицах 3 и 4.

Выявлено, что передний угол  $8^\circ$  и радиус закругления вершины 2 мм приводят к более высокому качеству обработки поверхности. Среди всех исследованных вариантов именно эта комбинация параметров резания дала наилучшие результаты. Понятно, что вибрация во время резания, климатические условия, параметры станка и другие неизвестные переменные влияют на изменение силы резания и качество обработки поверхности. Несмотря на влияние этих и других элементов, установлено, что передний угол, радиус вершины, скорость

Таблица 3.  $R$ -квадрат и  $p$ -значения при разных значениях радиуса закругления вершины  
Table 3.  $R$ -square and  $p$ -values for different values of nose radius

Радиус закругления вершины	$R$ -квадрат	$p$ -значение	Смазочный материал
1	0,014	0,36	Сухая обработка
1	0,01	0,03	СОЖ на нефтяной основе
1	0,3	0,015	Кунжутное масло
1,5	0,1579	0,09447	Сухая обработка
1,5	0,3	0,1243	СОЖ на нефтяной основе
1,5	0,5	0,0005	Кунжутное масло
2	0,3	0,04	Сухая обработка
2	0,5	0,003	СОЖ на нефтяной основе
2	0,66	0,019	Кунжутное масло

Таблица 4. R-квадрат и p-значения для разных значений переднего угла инструмента  
 Table 4. R-square and p-values for different values of rake angle

Передний угол	R-квадрат	p-значение	Смазочный материал
5	0,17	0,05	Сухая обработка
5	0,3046	0,008478	СОЖ на нефтяной основе
5	0,3351	0,005295	Кунжутное масло
8	0,3394	0,002	Сухая обработка
8	0,3409	0,009779	СОЖ на нефтяной основе
8	0,5878	0,0004	Кунжутное масло
11	0,32	0,04	Сухая обработка
11	-0,115	0,08926	СОЖ на нефтяной основе
11	0,44	0,008	Кунжутное масло

резания и диаметр играют важную роль в обработке поверхности и силе резания. Эти критические параметры резания оказывают большое влияние на конечную шероховатость поверхности и гарантируют адекватный уровень силы резания в процессе обработки.

Статистические показатели, такие как R-квадрат и p-значения, используются для количественной оценки связей и оценки релевантности выявленных предикторов. Значение R-квадрата количественно определяет величину отклонения зависимой переменной (чистоты поверхности), объясняемую через независимые переменные (передний угол, радиус закругления вершины, скорость резания и диаметр). С другой стороны, p-значение раскрывает статистическую значимость действия предикторов. Наибольшие значения этих показателей оказались связаны с передним углом 8° и радиусом закругления вершины 2 мм. Подразумевается, что эта комбинация переднего угла и радиуса закругления вершины оказывает максимально благоприятное влияние на качество обработки поверхности. Согласно полученным данным, работа в этих оптимизированных условиях привела к значительному улучшению качества обработки поверхности по сравнению с другими экспериментальными параметрами. Напротив, низкие значения R-квадрата и p-значения были получены при других условиях работы. Это означает, что в этих условиях процесс обработки проходил неудовлетворительно, что приводило к ухудшению качества обработки поверхности и, возможно, к увеличению давления резания. Проведенная экспериментальная работа продемонстрировала важность оптимизации переднего угла и радиуса закругления вершины для создания поверхности превосходного качества и регулирования сил резания на протяжении всего процесса обработки.

## ВЫВОДЫ

В исследовании изучалось использование кунжутного масла в качестве смазочно-охлаждающей жидкости при механической обработке, а также его влияние на

качество обработки поверхности и силу резания. Кунжутное масло превзошло смазочные материалы на нефтяной основе, обеспечив наилучшую смазку и охлаждение образцов. Кунжутное масло во всех случаях обеспечивало более гладкую поверхность при меньшей силе резания, чем сухая резка и смазка на нефтяной основе.

Статистический анализ показал, что оптимизация параметров процесса, особенно переднего угла и радиуса закругления вершины, улучшает качество обработки поверхности. Качество обработки поверхности и сила резания показали наилучший результат при сочетании переднего угла инструмента 8° и радиуса закругления вершины 2 мм. Эти условия резания превзошли другие экспериментальные варианты, продемонстрировав важность выбора и контроля параметров резания в операциях обработки.

Прогнозное моделирование помогает рассмотреть биомасла в качестве СОЖ. Прогнозные модели позволяют оценить влияние биомасла на качество обработки поверхности, скорость износа инструмента, образование стружки и другие показатели производительности, используя уже имеющиеся данные и результаты экспериментов. Данный метод оптимизирует процесс обработки, помогает в принятии решений и способствует использованию экологически чистых СОЖ.

Кунжутное и другие биомасла представляются конкурентоспособными и экологически безопасными заменителями смазочных материалов на нефтяной основе. Однако необходимы дополнительные исследования, чтобы понять сложную связь между параметрами резания, обработкой поверхности и силами резания. Прогнозное моделирование может помочь промышленности внедрить природосберегающие методы, выявляя эффективность биомасел при определенных параметрах обработки.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Beyer F., Willner K. Surface Deformation due to Shear and Ploughing in a Halfspace // PAMM.

2014. Vol. 14. № 1. P. 239–240. DOI: [10.1002/pamm.201410107](https://doi.org/10.1002/pamm.201410107).
2. Hatna A., Grieve B. Cartesian machining versus parametric machining: A comparative study // *International Journal of Production Research*. 2000. Vol. 38. № 13. P. 3043–3065. DOI: [10.1080/00207540050117431](https://doi.org/10.1080/00207540050117431).
  3. Oda Y., Kawamura Y., Fujishima M. Energy Consumption Reduction by Machining Process Improvement // *Procedia CIRP*. 2012. Vol. 4. P. 120–124. DOI: [10.1016/j.procir.2012.10.022](https://doi.org/10.1016/j.procir.2012.10.022).
  4. Balevicius G., Ostasevicius V., Jurenas V., Baskutiene J., Zakrasas R. Investigation of vibration assisted drilling prospects for improving machining characteristics of hard to machine materials at high and low frequency ranges // *Mechanics*. 2016. Vol. 22. № 2. P. 125–131. DOI: [10.5755/j01.mech.22.2.14431](https://doi.org/10.5755/j01.mech.22.2.14431).
  5. Nagasaka K., Hashimoto F. The establishment of a tool life equation considering the amount of tool wear // *Wear*. 1982. Vol. 81. № 1. P. 21–31. DOI: [10.1016/0043-1648\(82\)90301-5](https://doi.org/10.1016/0043-1648(82)90301-5).
  6. Guney M., Seker U. Investigation of the Effect of Cutting Tool Rake Angle on Feed Force // *Journal of Polytchnic*. 2005. Vol. 8. № 4. P. 323–328. DOI: [10.2339/y2005.v8.n4.p323-328](https://doi.org/10.2339/y2005.v8.n4.p323-328).
  7. Naves V.T.G., Da Silva M.B., Da Silva F.J. Evaluation of the effect of application of cutting fluid at high pressure on tool wear during turning operation of AISI 316 austenitic stainless steel // *Wear*. 2013. Vol. 302. № 1-2. P. 1201–1208. DOI: [10.1016/j.wear.2013.03.016](https://doi.org/10.1016/j.wear.2013.03.016).
  8. Neşeli S., Yıldız S., Türkeş E. Optimization of tool geometry parameters for turning operations based on the response surface methodology // *Measurement*. 2011. Vol. 44. № 3. P. 580–587. DOI: [10.1016/j.measurement.2010.11.018](https://doi.org/10.1016/j.measurement.2010.11.018).
  9. Sewaillem M.R., Mobarak I.M. The practical estimation of tool wear in turning // *Wear*. 1981. Vol. 67. № 3. P. 261–269. DOI: [10.1016/0043-1648\(81\)90041-7](https://doi.org/10.1016/0043-1648(81)90041-7).
  10. Patwari A.U., Mahmood M.N., Arif M.D. Improvement of Machinability of Mild Steel during Turning Operation by Magnetic Cutting // *International Journal on Advanced Science, Engineering and Information Technology*. 2012. Vol. 2. № 3. P. 207–210. DOI: [10.18517/ijaseit.2.3.187](https://doi.org/10.18517/ijaseit.2.3.187).
  11. Ghani A.K., Choudhury I.A., Husni. Study of tool life, surface roughness and vibration in machining nodular cast iron with ceramic tool // *Journal of Materials Processing Technology*. 2002. Vol. 127. № 1. P. 17–22. DOI: [10.1016/s0924-0136\(02\)00092-4](https://doi.org/10.1016/s0924-0136(02)00092-4).
  12. Dahlman P., Gunnberg F., Jacobson M. The influence of rake angle, cutting feed and cutting depth on residual stresses in hard turning // *Journal of Materials Processing Technology*. 2004. Vol. 147. № 2. P. 181–184. DOI: [10.1016/j.matprotec.2003.12.014](https://doi.org/10.1016/j.matprotec.2003.12.014).
  13. Verma A., Sharma S. Analysis of Cutting Forces for Different Work Materials and Tool Material: Effect of Rake Angle in Turning Process // *International Journal of Scientific Research*. 2014. Vol. 3. № 7. P. 172–173. DOI: [10.15373/22778179/july2014/54](https://doi.org/10.15373/22778179/july2014/54).
  14. Radhika A., Shailesh Rao A., Yogesha K.B. Evaluating machining performance of AISI 1014 steel using gingelly oil as cutting fluid // *Australian Journal of Mechanical Engineering*. 2019. Vol. 19. № 4. P. 445–456. DOI: [10.1080/14484846.2019.1636517](https://doi.org/10.1080/14484846.2019.1636517).
  15. Dodla S. Experimental Investigations of Tool Wear in Vibration-Assisted Turning of Inconel 718 // *Archives of Metallurgy and Materials*. 2022. Vol. 67. № 3. P. 949–953. DOI: [10.24425/amm.2022.139687](https://doi.org/10.24425/amm.2022.139687).
  16. Shailesh Rao A. Effect of nose radius on the chip morphology, cutting force and tool wear during dry turning of Inconel 718 // *Tribology - Materials, Surfaces & Interfaces*. 2023. Vol. 17. № 1. P. 62–71. DOI: [10.1080/17515831.2022.2160161](https://doi.org/10.1080/17515831.2022.2160161).
  17. Yan Pei, Rong Yiming, Wang Gang. The effect of cutting fluids applied in metal cutting process // *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*. 2015. Vol. 230. № 1. P. 19–37. DOI: [10.1177/0954405415590993](https://doi.org/10.1177/0954405415590993).
  18. Haygreen L.H. Selection of cutting fluids // *Tribology International*. 1977. Vol. 10. № 1. P. 13–16. DOI: [10.1016/0301-679x\(77\)90146-3](https://doi.org/10.1016/0301-679x(77)90146-3).
  19. Bartarya G., Choudhury S.K. Effect of Cutting Parameters on Cutting Force and Surface Roughness During Finish Hard Turning AISI52100 Grade Steel // *Procedia CIRP*. 2012. Vol. 1. P. 651–656. DOI: [10.1016/j.procir.2012.05.016](https://doi.org/10.1016/j.procir.2012.05.016).
  20. Shashidhara Y.M., Jayaram S.R. Vegetable oils as a potential cutting fluid - An evolution // *Tribology International*. 2010. Vol. 43. № 5-6. P. 1073–1081. DOI: [10.1016/j.triboint.2009.12.065](https://doi.org/10.1016/j.triboint.2009.12.065).
  21. Rapeti P., Pasam V.K., Rao Gurrum K.M., Revuru R.S. Performance evaluation of vegetable oil based nano cutting fluids in machining using grey relational analysis – A step towards sustainable manufacturing // *Journal of Cleaner Production*. 2018. Vol. 172. P. 2862–2875. DOI: [10.1016/j.jclepro.2017.11.127](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.11.127).
  22. Kumar B.S., Padmanabhan G., Krishna P.V. Experimental Investigations of Vegetable Oil Based Cutting Fluids with Extreme Pressure Additive in Machining of AISI 1040 Steel // *Manufacturing Science and Technology*. 2015. Vol. 3. № 1. P. 1–9. DOI: [10.13189/mst.2015.030101](https://doi.org/10.13189/mst.2015.030101).
  23. Ozelik B., Kuram E., Huseyin Cetin M., Demirbas E. Experimental investigations of vegetable based cutting fluids with extreme pressure during turning of AISI 304L // *Tribology International*. 2011. Vol. 44. № 12. P. 1864–1871. DOI: [10.1016/j.triboint.2011.07.012](https://doi.org/10.1016/j.triboint.2011.07.012).
  24. Cetin M.H., Ozelik B., Kuram E., Demirbas E. Evaluation of vegetable based cutting fluids with extreme pressure and cutting parameters in turning of AISI 304L by Taguchi method // *Journal of Cleaner Production*. 2011. Vol. 19. № 17-18. P. 2049–2056. DOI: [10.1016/j.jclepro.2011.07.013](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2011.07.013).
  25. Gunjal S.U., Patil N.G. Experimental Investigations into Turning of Hardened AISI 4340 Steel using Vegetable based Cutting Fluids under Minimum Quantity Lubrication // *Procedia Manufacturing*. 2018. Vol. 20. P. 18–23. DOI: [10.1016/j.promfg.2018.02.003](https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.02.003).
  26. Katna R., Suhaib M., Agrawal N. Nonedible vegetable oil-based cutting fluids for machining processes – a review // *Materials and Manufacturing Processes*. 2019. Vol. 35. № 1. P. 1–32. DOI: [10.1080/10426914.2019.1697446](https://doi.org/10.1080/10426914.2019.1697446).
  27. Sredanovic B., Cica D. Comparative Study of ANN and ANFIS Prediction Models For Turning Process in Different Cooling and Lubricating Conditions // *SAE International Journal of Materials and Manufacturing*. 2015. Vol. 8. № 2. P. 586–591. DOI: [10.4271/2015-01-9082](https://doi.org/10.4271/2015-01-9082).



28. Cica D., Sredanovic B., Tesic S., Kramar D. Predictive modeling of turning operations under different cooling/lubricating conditions for sustainable manufacturing with machine learning techniques // *Applied Computing and Informatics*. 2024. Vol. 20. № 1/2. P. 162–180. DOI: [10.1016/j.aci.2020.02.001](https://doi.org/10.1016/j.aci.2020.02.001).
29. Shailesh R.A. Regression Analysis of Cutting Forces in Machining - Impact of Cutting Conditions and Fluids // *Comadem Journal*. 2024. Vol. 27. № 1. P. 31–39.
30. Nagaraj A., Uysal A., Gururaja S., Jawahir I.S. Analysis of surface integrity in drilling carbon fiber reinforced polymer composite material under various cooling/lubricating conditions // *Journal of Manufacturing Processes*. 2022. Vol. 82. P. 124–137. DOI: [10.1016/j.jmapro.2022.07.065](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.07.065).
31. Arapoglu R.A., Sofuoglu M.A., Orak S. An ANN-Based Method to Predict Surface Roughness in Turning Operations // *Arabian Journal for Science and Engineering*. 2017. Vol. 42. P. 1929–1940. DOI: [10.1007/s13369-016-2385-y](https://doi.org/10.1007/s13369-016-2385-y).
32. Veeranaath V., Nandana Mohanty M., Kumar A., Kumar P. ANN modeling of the significance of constraints in turning superalloys using coated PCBN tools // *Materials Today: Proceedings*. 2022. Vol. 65-1. P. 20–28. DOI: [10.1016/j.matpr.2022.03.559](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.03.559).
33. Agari S.R. Wear and surface characteristics on tool performance with CVD coating of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiCN inserts during machining of Inconel 718 alloys // *Archive of Mechanical Engineering*. 2022. Vol. 69. № 1. P. 59–75.
34. Prasad K., Chakraborty S. A decision-making model for non-traditional machining processes selection // *Decision Science Letters*. 2014. Vol. 3. P. 467–478. DOI: [10.5267/j.dsl.2014.7.002](https://doi.org/10.5267/j.dsl.2014.7.002).
28. Cica D., Sredanovic B., Tesic S., Kramar D. Predictive modeling of turning operations under different cooling/lubricating conditions for sustainable manufacturing with machine learning techniques // *Applied Computing and Informatics*. 2024. Vol. 20. № 1/2. P. 162–180. DOI: [10.1016/j.aci.2020.02.001](https://doi.org/10.1016/j.aci.2020.02.001).
8. Neşeli S., Yaldız S., Türkeş E. Optimization of tool geometry parameters for turning operations based on the response surface methodology. *Measurement*, 2011, vol. 44, no. 3, pp. 580–587. DOI: [10.1016/j.measurement.2010.11.018](https://doi.org/10.1016/j.measurement.2010.11.018).
9. Sewailem M.R., Mobarak I.M. The practical estimation of tool wear in turning. *Wear*, 1981, vol. 67, no. 3, pp. 261–269. DOI: [10.1016/0043-1648\(81\)90041-7](https://doi.org/10.1016/0043-1648(81)90041-7).
10. Patwari A.U., Mahmood M.N., Arif M.D. Improvement of Machinability of Mild Steel during Turning Operation by Magnetic Cutting. *International Journal on Advanced Science, Engineering and Information Technology*, 2012, vol. 2, no. 3, pp. 207–210. DOI: [10.18517/ijaseit.2.3.187](https://doi.org/10.18517/ijaseit.2.3.187).
11. Ghani A.K., Choudhury I.A., Husni. Study of tool life, surface roughness and vibration in machining nodular cast iron with ceramic tool. *Journal of Materials Processing Technology*, 2002, vol. 127, no. 1, pp. 17–22. DOI: [10.1016/s0924-0136\(02\)00092-4](https://doi.org/10.1016/s0924-0136(02)00092-4).
12. Dahlman P., Gunnberg F., Jacobson M. The influence of rake angle, cutting feed and cutting depth on residual stresses in hard turning. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004, vol. 147, no. 2, pp. 181–184. DOI: [10.1016/j.matprotec.2003.12.014](https://doi.org/10.1016/j.matprotec.2003.12.014).
13. Verma A., Sharma S. Analysis of Cutting Forces for Different Work Materials and Tool Material: Effect of Rake Angle in Turning Process. *International Journal of Scientific Research*, 2014, vol. 3, no. 7, pp. 172–173. DOI: [10.15373/22778179/july2014/54](https://doi.org/10.15373/22778179/july2014/54).
14. Radhika A., Shailesh Rao A., Yogesha K.B. Evaluating machining performance of AISI 1014 steel using gingelly oil as cutting fluid. *Australian Journal of Mechanical Engineering*, 2019, vol. 19, no. 4, pp. 445–456. DOI: [10.1080/14484846.2019.1636517](https://doi.org/10.1080/14484846.2019.1636517).
15. Dodla S. Experimental Investigations of Tool Wear in Vibration-Assisted Turning of Inconel 718. *Archives of Metallurgy and Materials*, 2022, vol. 67, no. 3, pp. 949–953. DOI: [10.24425/amm.2022.139687](https://doi.org/10.24425/amm.2022.139687).
16. Shailesh Rao A. Effect of nose radius on the chip morphology, cutting force and tool wear during dry turning of Inconel 718. *Tribology - Materials, Surfaces & Interfaces*, 2023, vol. 17, no. 1, pp. 62–71. DOI: [10.1080/17515831.2022.2160161](https://doi.org/10.1080/17515831.2022.2160161).
17. Yan Pei, Rong Yiming, Wang Gang. The effect of cutting fluids applied in metal cutting process. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, 2015, vol. 230, no. 1, pp. 19–37. DOI: [10.1177/0954405415590993](https://doi.org/10.1177/0954405415590993).
18. Haygreen L.H. Selection of cutting fluids. *Tribology International*, 1977, vol. 10, no. 1, pp. 13–16. DOI: [10.1016/0301-679x\(77\)90146-3](https://doi.org/10.1016/0301-679x(77)90146-3).
19. Bartarya G., Choudhury S.K. Effect of Cutting Parameters on Cutting Force and Surface Roughness During Finish Hard Turning AISI52100 Grade Steel. *Procedia CIRP*, 2012, vol. 1, pp. 651–656. DOI: [10.1016/j.procir.2012.05.016](https://doi.org/10.1016/j.procir.2012.05.016).
20. Shashidhara Y.M., Jayaram S.R. Vegetable oils as a potential cutting fluid - An evolution. *Tribology International*, 2010, vol. 43, no. 5-6, pp. 1073–1081. DOI: [10.1016/j.triboint.2009.12.065](https://doi.org/10.1016/j.triboint.2009.12.065).

## REFERENCES

1. Beyer F., Willner K. Surface Deformation due to Shear and Ploughing in a Halfspace. *PAMM*, 2014, vol. 14, no. 1, pp. 239–240. DOI: [10.1002/pamm.201410107](https://doi.org/10.1002/pamm.201410107).
2. Hatna A., Grieve B. Cartesian machining versus parametric machining: A comparative study. *International Journal of Production Research*, 2000, vol. 38, no. 13, pp. 3043–3065. DOI: [10.1080/00207540050117431](https://doi.org/10.1080/00207540050117431).
3. Oda Y., Kawamura Y., Fujishima M. Energy Consumption Reduction by Machining Process Improvement. *Procedia CIRP*, 2012, vol. 4, pp. 120–124. DOI: [10.1016/j.procir.2012.10.022](https://doi.org/10.1016/j.procir.2012.10.022).
4. Balevicius G., Ostasevicius V., Jurenas V., Baskutiene J., Zakrasas R. Investigation of vibration assisted drilling prospects for improving machining characteristics of hard to machine materials at high and low frequency ranges. *Mechanics*, 2016, vol. 22, no. 2, pp. 125–131. DOI: [10.5755/j01.mech.22.2.14431](https://doi.org/10.5755/j01.mech.22.2.14431).
5. Nagasaka K., Hashimoto F. The establishment of a tool life equation considering the amount of tool wear. *Wear*, 1982, vol. 81, no. 1, pp. 21–31. DOI: [10.1016/0043-1648\(82\)90301-5](https://doi.org/10.1016/0043-1648(82)90301-5).
6. Guney M., Seker U. Investigation of the Effect of Cutting Tool Rake Angle on Feed Force. *Journal of Polytchnic*, 2005, vol. 8, no. 4, pp. 323–328. DOI: [10.2339/y2005.v8.n4.p323-328](https://doi.org/10.2339/y2005.v8.n4.p323-328).
7. Naves V.T.G., Da Silva M.B., Da Silva F.J. Evaluation of the effect of application of cutting fluid at high pressure on tool wear during turning operation of AISI 316

21. Rapeti P., Pasam V.K., Rao Gurrām K.M., Revuru R.S. Performance evaluation of vegetable oil based nano cutting fluids in machining using grey relational analysis – A step towards sustainable manufacturing. *Journal of Cleaner Production*, 2018, vol. 172, pp. 2862–2875. DOI: [10.1016/j.jclepro.2017.11.127](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.11.127).
22. Kumar B.S., Padmanabhan G., Krishna P.V. Experimental Investigations of Vegetable Oil Based Cutting Fluids with Extreme Pressure Additive in Machining of AISI 1040 Steel. *Manufacturing Science and Technology*, 2015, vol. 3, no. 1, pp. 1–9. DOI: [10.13189/mst.2015.030101](https://doi.org/10.13189/mst.2015.030101).
23. Ozcelik B., Kuram E., Huseyin Cetin M., Demirbas E. Experimental investigations of vegetable based cutting fluids with extreme pressure during turning of AISI 304L. *Tribology International*, 2011, vol. 44, no. 12, pp. 1864–1871. DOI: [10.1016/j.triboint.2011.07.012](https://doi.org/10.1016/j.triboint.2011.07.012).
24. Cetin M.H., Ozcelik B., Kuram E., Demirbas E. Evaluation of vegetable based cutting fluids with extreme pressure and cutting parameters in turning of AISI 304L by Taguchi method. *Journal of Cleaner Production*, 2011, vol. 19, no. 17–18, pp. 2049–2056. DOI: [10.1016/j.jclepro.2011.07.013](https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2011.07.013).
25. Gunjal S.U., Patil N.G. Experimental Investigations into Turning of Hardened AISI 4340 Steel using Vegetable based Cutting Fluids under Minimum Quantity Lubrication. *Procedia Manufacturing*, 2018, vol. 20, pp. 18–23. DOI: [10.1016/j.promfg.2018.02.003](https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.02.003).
26. Katna R., Suhaib M., Agrawal N. Nonedible vegetable oil-based cutting fluids for machining processes – a review. *Materials and Manufacturing Processes*, 2019, vol. 35, no. 1, pp. 1–32. DOI: [10.1080/10426914.2019.1697446](https://doi.org/10.1080/10426914.2019.1697446).
27. Sredanovic B., Cica D. Comparative Study of ANN and ANFIS Prediction Models For Turning Process in Different Cooling and Lubricating Conditions. *SAE International Journal of Materials and Manufacturing*, 2015, vol. 8, no. 2, pp. 586–591. DOI: [10.4271/2015-01-9082](https://doi.org/10.4271/2015-01-9082).
28. Cica D., Sredanovic B., Tesic S., Kramar D. Predictive modeling of turning operations under different cooling/lubricating conditions for sustainable manufacturing with machine learning techniques. *Applied Computing and Informatics*, 2024, vol. 20, no. 1/2, pp. 162–180. DOI: [10.1016/j.aci.2020.02.001](https://doi.org/10.1016/j.aci.2020.02.001).
29. Shailesh R.A. Regression Analysis of Cutting Forces in Machining - Impact of Cutting Conditions and Fluids. *Comadem Journal*, 2024, vol. 27, no. 1, pp. 31–39.
30. Nagaraj A., Uysal A., Gururaja S., Jawahir I.S. Analysis of surface integrity in drilling carbon fiber reinforced polymer composite material under various cooling/lubricating conditions. *Journal of Manufacturing Processes*, 2022, vol. 82, pp. 124–137. DOI: [10.1016/j.jmapro.2022.07.065](https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2022.07.065).
31. Arapoglu R.A., Sofuoglu M.A., Orak S. An ANN-Based Method to Predict Surface Roughness in Turning Operations. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 2017, vol. 42, pp. 1929–1940. DOI: [10.1007/s13369-016-2385-y](https://doi.org/10.1007/s13369-016-2385-y).
32. Veeranaath V., Nandana Mohanty M., Kumar A., Kumar P. ANN modeling of the significance of constraints in turning superalloys using coated PCBN tools. *Materials Today: Proceedings*, 2022, vol. 65-1, pp. 20–28. DOI: [10.1016/j.matpr.2022.03.559](https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.03.559).
33. Agari S.R. Wear and surface characteristics on tool performance with CVD coating of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiCN inserts during machining of Inconel 718 alloys. *Archive of Mechanical Engineering*, 2022, vol. 69, no. 1, pp. 59–75.
34. Prasad K., Chakraborty S. A decision-making model for non-traditional machining processes selection. *Decision Science Letters*, 2014, vol. 3, pp. 467–478. DOI: [10.5267/j.dsl.2014.7.002](https://doi.org/10.5267/j.dsl.2014.7.002).

## Surface finish and cutting efficiency in gingelly oil during machining: regression analysis

© 2024

**Shailesh Rao A.**, PhD, Professor, Department of Mechanical Engineering  
NITTE Meenkshi Institute of Technology, Bangalore (India)

E-mail: [shailesh.rao@nmit.ac.in](mailto:shailesh.rao@nmit.ac.in)ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6190-9857>

Received 31.08.2023

Accepted 19.02.2024

**Abstract:** This study evaluates the use of gingelly oil as an eco-friendly cutting fluid for the turning operation. Experiments were conducted to determine the effect of nose radius, and rake angle on tool wear, surface formation, and cutting force. In addition, different lubrication techniques, such as cutting fluids and bio-oils, were investigated to determine their potential for minimising friction, heat generation, and tool wear during machining. In comparison to dry cutting, and conventional petroleum-based lubricants, the results demonstrate that gingelly oil consistently produces smoother surface finishes, and reduces cutting forces. The relationships between cutting parameters, and surface finish were analysed using statistical modelling, with *R*-square and *p*-values used to quantify correlations and predictor significance. The findings highlight the viability of gingelly oil as a cutting fluid and the significance of optimising process parameters for increased machining efficiency.

**Keywords:** cutting efficiency in gingelly; mechanical processing in gingelly oil; cutting fluid; sustainable machining; surface finish; tool wear; rake angle; nose radius.

**For citation:** Shailesh Rao A. Surface finish and cutting efficiency in gingelly oil during machining: regression analysis. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 101–111. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-2-68-9](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-2-68-9).



## 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.

## Сравнительный анализ химического состава и механических свойств различных участков сварного соединения дюралюмина, полученного сваркой трением с перемешиванием

© 2024

Щапов Геннадий Валерьевич<sup>1</sup>, аспирант, младший научный сотрудник

Казанцева Наталия Васильевна\*<sup>2</sup>, доктор физико-математических наук, доцент, главный научный сотрудник  
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, Екатеринбург (Россия)

\*E-mail: kazantseva@imp.uran.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-2106-6381>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4143-1064>

Поступила в редакцию 27.06.2023

Принята к публикации 21.11.2023

**Аннотация:** Сварка трением с перемешиванием в авиастроении и машиностроении является передовым способом соединения различных металлов и сплавов, плохо свариваемых или несвариваемых обычными способами. Активно используемый в авиастроении высокопрочный алюминиевый сплав Д16 плохо поддается сварке плавлением, что связано с образованием дендритной структуры в зоне сплавления, приводящей к снижению механической прочности соединения. В работе исследована микроструктура и микротвердость сварного шва алюминиевого сплава Д16, полученного методом сварки трением с перемешиванием. Методами сканирующей электронной микроскопии и оптической металлографии выявлено наличие трех зон: ядра шва, зоны термомеханического воздействия и зоны термического воздействия. В центральной части сварного соединения (в ядре) обнаружена слоистая структура «луковичных колец». Обнаружено изменение химического состава твердого раствора алюминия в различных областях зон сварного шва, а также присутствие концентрационного градиента внутри каждой зоны. В верхней части сварного шва наблюдается обогащение твердого раствора кремнием и обеднение медью. Благодаря обеднению твердого раствора легирующими элементами содержание алюминия в зоне сварного соединения в твердом растворе выше по сравнению с исходным состоянием. Значения микротвердости в различных областях сварного соединения коррелируют с изменением химического состава. В зоне сварного соединения обнаружено значительное снижение микротвердости по сравнению с исходным состоянием, а также наблюдается изменение микротвердости, связанное с градиентом химического состава внутри каждой зоны.

**Ключевые слова:** сварка трением с перемешиванием; дюралюмин; алюминий; слоистая структура; структура «луковичных колец».

**Благодарности:** Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема «Аддитивность», № 121102900049-1).

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

**Для цитирования:** Щапов Г.В., Казанцева Н.В. Сравнительный анализ химического состава и механических свойств различных участков сварного соединения дюралюмина, полученного сваркой трением с перемешиванием // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 2. С. 113–119. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-10.

### ВВЕДЕНИЕ

Сварка трением с перемешиванием (СТП) – относительно новый метод получения неразъемных соединений материалов, предложенный в 1991 г. Институтом сварки Великобритании. Сварка трением с перемешиванием представляет собой процесс соединения в твердом состоянии, при котором не происходит объемного плавления основного материала [1; 2]. Исследования последних лет показали, что СТП является эффективным способом получения качественных соединений конструкций различных размеров и форм, включая листы, трехмерные профильные конструкции и трубы. Его применяют для восстановления изношенных деталей, заварки трещин и дефектов литья. По сравнению с традиционными методами сварки плавлением, при СТП отсутствуют признаки литой структуры в зоне соединения, соединяемые детали имеют малую деформацию и остаточные напряжения,

нет необходимости проведения операций по очистке поверхности от окислов перед процессом сварки, а также отсутствуют дефекты, возникающие в результате плавления и затвердевания.

Соединение деталей осуществляется путем фрикционного нагрева и пластической деформации, как правило, при температурах ниже абсолютной температуры плавления соединяемых сплавов. Это достигается за счет взаимодействия вращающегося инструмента, состоящего из штифта и выступа (пина), с сопрягаемыми поверхностями, в которые он погружается до тех пор, пока выступ не соприкоснется с верхней поверхностью заготовок, а затем перемещается по границе раздела заготовок (рис. 1). Обладая широкими технологическими возможностями получения неразъемных соединений деталей или узлов, СТП может быть использована как альтернатива заклепочным соединениям, электродуговой сварке, электронно-лучевой и лазерной сварке, а также для сварки разнородных материалов.





Рис. 1. Схема процесса сварки трением с перемешиванием  
 Fig. 1. The diagram of the process of friction stir welding

Выбору режимов сварки трением с перемешиванием посвящено большое количество работ. Обычно варьируют скорость вращения и перемещения инструмента [3; 4], форму пина [5], предварительный нагрев образца [6]. При этом подробного исследования изменения химического состава и механических свойств в разных областях сварного соединения, включая верхнюю и нижнюю его часть, в литературе не обнаружено.

Высокопрочный дюралюмин марки Д16 авиационного назначения, как правило, плохо поддается сварке плавлением, поскольку при использовании этого вида сварки в зоне сплавления образуется дендритная структура, что приводит к резкому снижению механической прочности [7]. Согласно [8–10] при СТП металл не достигает температуры плавления, поэтому СТП можно получать высококачественные бездефектные сварные швы при правильном выборе параметров сварки высокопрочных сплавов Д16, а также избегая тяжелых циклов нагрева и охлаждения, возникающих при сварке плавлением.

При применении СТП важно изучить механизмы и выявить физические закономерности формирования структурного состояния и факторы, приводящие к образованию структурных неоднородностей и несплошностей в сварном шве. Выявление таких закономерностей позволит выбрать оптимальные характеристики СТП и сделать прогноз эксплуатационных свойств сварного изделия. Большое влияние на механические свойства оказывает изменение химического состава твердого раствора сплава. Для дисперсионно-упрочняющихся алюминиевых сплавов, кроме основных упрочняющих интерметаллидных фаз, возможно присутствие вторичных

фаз, которые при определенных термомеханических взаимодействиях могут в значительной мере обеднять твердый раствор и за счет коагуляции частиц снижать общие прочностные свойства материала [11; 12].

Цель исследования – анализ распределения химического состава и механических свойств в зоне сварного шва, полученного сваркой трением с перемешиванием стыкового соединения из сплава Д16.

#### МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследования использовали пластины из дюралюмина марки Д16 ГОСТ 4784-2019 (зарубежные аналоги AA2024, AlCuMg2). Прямое стыковое сварное соединение было получено методом сварки трением с перемешиванием с помощью экспериментального стенда. Использовался сварочный инструмент из быстрорежущей стали Р6М5, диапазон скорости вращения инструмента 400–600 об/мин, скорость перемещения инструмента 320 мм/мин. Вырезанные с помощью электроискровой установки образцы исследовались в поперечном и продольном сечении сварного соединения. Химический состав исходных пластин сплава Д16 и химический состав согласно ГОСТ 4784-2019 приведен в таблице 1.

Структурные исследования выполняли с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM 6490 с системой энергодисперсионного и волнового микроанализа Oxford Inca и оптического микроскопа «Микромед МЕТ» с возможностью съемки в поляризованном свете. Анализ структуры и химического состава твердого раствора в зоне сварного шва проводили по

Таблица 1. Химический состав сплава Д16, мас. %  
 Table 1. Chemical composition of the D16 alloy, wt. %

Состав сплава	Al	Mg	Cu	Fe	Si	Mn	Zn	Ti	Cr
Согласно ГОСТ 4784-2019	Основа	1,2–1,8	3,8–4,9	<0,5	<0,5	0,3–0,9	<0,25	<0,15	<0,1
Исходный образец	93,34	1,31	4,23	0,3	0,16	0,54	0,08	0,04	0,004



трассам А, Б, В через каждые 4 мм. За первую точку отсчета брали центр нижнего края сварного шва. Область с нулевым положением соответствовала исходному материалу. Размер анализируемой области, не включающей выделения интерметаллидных фаз, составил 5×5 мкм, диаметр зонда в растровом электронном микроскопе – 3 мкм. Микротвердость измерялась с помощью прибора «Металаб-502», нагрузка составила 0,490 Н, время 10 с. Значение микротвердости определяли по 5 измерениям.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 2 приведен оптический снимок поперечного сечения сварного шва исследованного сплава Д16. На оптическом снимке в сварном соединении хорошо видны три различные зоны, отличающиеся цветом: зона ядра, зона термомеханического воздействия и зона термического воздействия. В центральной части сварного соединения (в ядре) можно видеть слоистую структуру «луковичных

колец» (рис. 2, трассы А, Б). В нашем случае трасса В проходит через зону термомеханического воздействия, а трасса Г – через зону термического воздействия (рис. 2).

На рис. 3 представлены результаты измерения химического состава твердого раствора в различных областях сварного шва (по выделенным трассам), полученные с помощью сканирующего микроскопа. В зоне термомеханического воздействия (область 7) в нижней части соединения наблюдается повышение содержания кремния (рис. 3 а) и снижение содержания алюминия (рис. 3 б). По сравнению с исходным состоянием, содержание алюминия в зоне сварного соединения в твердом растворе в целом выше (рис. 3 б).

Можно также отметить увеличение содержания меди в твердом растворе в ядре сварного соединения и в зоне термомеханического воздействия по сравнению с исходным состоянием. При этом в центре ядра (области 2 и 3) содержание меди падает, а кремния – растет. Основной упрочняющей фазой сплава Д16 является S-фаза, однако макровыделений этой фазы нами не обнаружено.

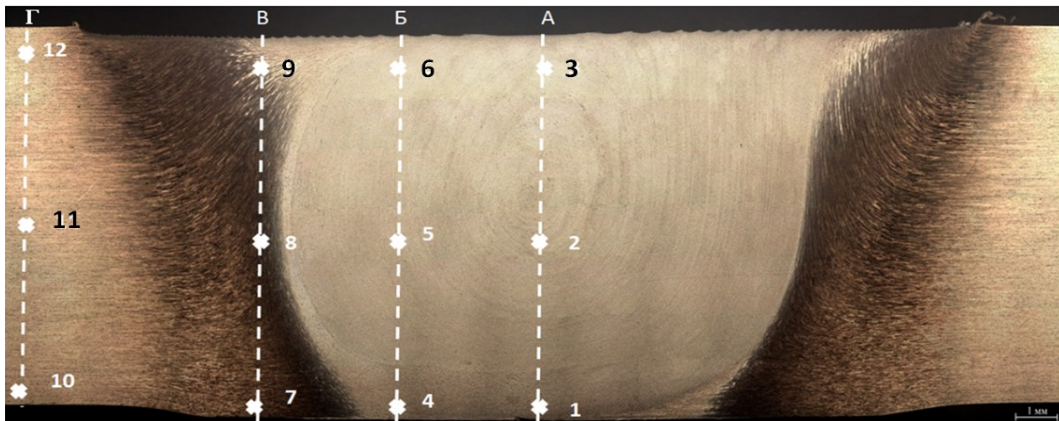


Рис. 2. Микроструктура поперечного сечения сварного соединения с указанием областей исследования  
 Fig. 2. Microstructure of the welded joint cross section indicating areas of study

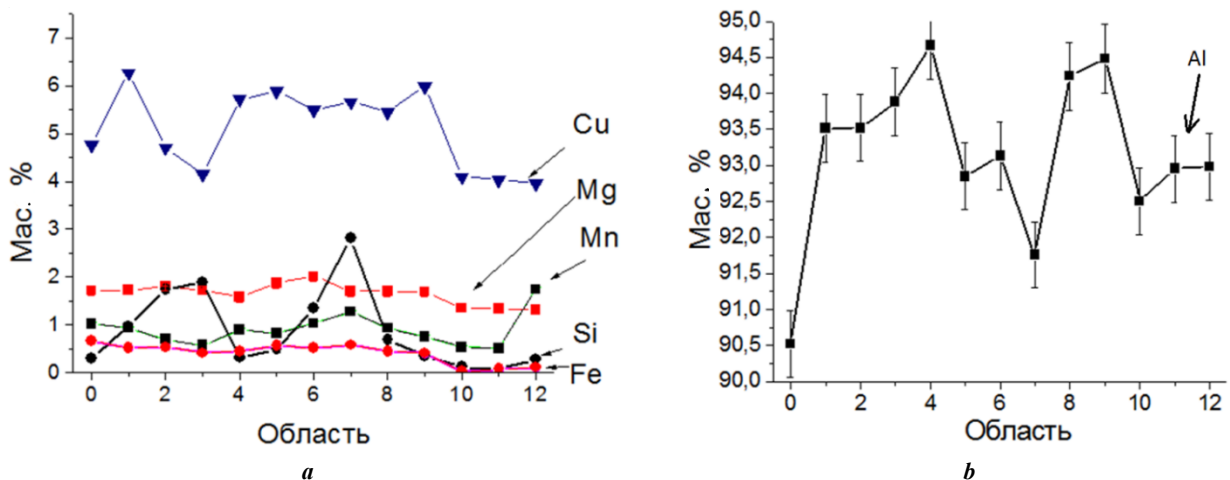


Рис. 3. Распределение легирующих элементов (а) и алюминия (б) в зоне сварного соединения  
 Fig. 3. Distribution of alloying elements (a) and aluminum (b) in the welded joint area

На рис. 4 приведены результаты измерения микротвердости в различных областях сварного соединения. В зоне сварного соединения происходит значительное снижение микротвердости по сравнению с исходным состоянием (точка 0) (рис. 4). Точка 9 – граница между ядром и термомеханической зоной, в которой наблюдается резкое повышение микротвердости.

## ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Согласно литературным данным, в сварном соединении можно выделить три зоны: ядро шва, зону термомеханического воздействия и зону термического воздействия [12]. Эти три зоны хорошо видны на рис. 2. Согласно [12], слоистая структура «луковичных колец» формируется при вращении инструмента в пластифицированном металле, что и наблюдалось в центре сварного соединения.

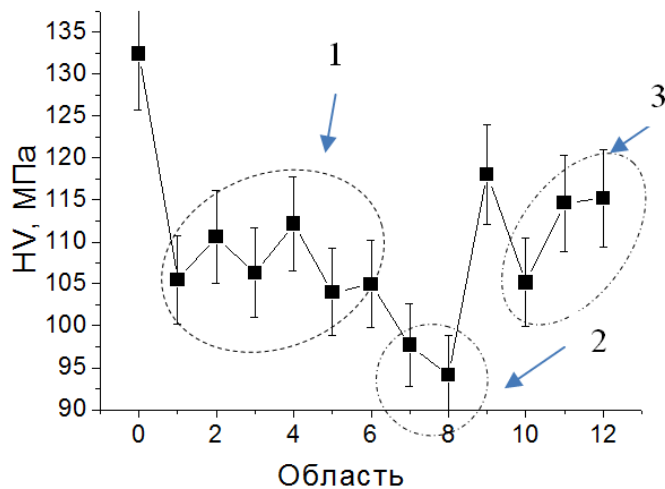
Наноразмерные выделения упрочняющей *S*-фазы в сплаве AA2024 (российский аналог Д16) после сварки трением с перемешиванием были обнаружены в локальных участках сварного соединения с повышенной микротвердостью только с помощью просвечивающей электронной микроскопии [13]. Это объясняет факт отсутствия *S*-фазы в нашем случае при оптическом и сканирующем электронно-микроскопическом исследованиях.

Изменение химического состава твердого раствора в сварном соединении можно объяснить выделением вторичных фаз, обогащенных медью и кремнием. В сплаве

AA2024 системы Al–Cu–Mg (российский аналог Д16) в работах [14; 15] были обнаружены вторичные интерметаллидные микроструктурные фазы, содержащие кремний и медь:  $Al_2Cu$ ,  $AlCuFeMnSi$ ,  $Mg_2Si$ ,  $Al_7Cu_2Fe$ ,  $Al_{12}(Fe,Mn)_3Si$ ,  $Al_{20}Mg_3Cu_2$ . В зонах и термомеханического воздействия и ядра сварного соединения, согласно литературным данным, возможно повышение температуры до 500 °C [16–18], что может вызывать выделения вторичных интерметаллидных фаз, приводящих к изменению содержания твердого раствора.

Повышение температуры способствует ускорению диффузии химических элементов в алюминиевых сплавах. В таблице 2 представлены коэффициенты диффузии химических элементов в алюминии, полученные в работе [16], из которой можно видеть, что кремний является самым подвижным элементом при температуре 500 °C. Коэффициент самодиффузии алюминия близок к коэффициенту диффузии меди. Самым «медленным» элементом является марганец. Учитывая, что диффузионный фронт движется со скоростью самого «медленного» элемента, при этой температуре можно ожидать медленный рост фаз, содержащих марганец. Поэтому появление таких фаз может быть вызвано не только термическим, но и деформационным воздействием.

Изменения микроструктуры в различных зонах оказывают большое влияние на механические свойства соединения после сварки [19]. Подобное обнаруженному в нашей работе изменение микротвердости в зоне сварного соединения наблюдали в [20; 21]. В работе [3]



**Рис. 4.** Результаты измерения микротвердости в зоне сварного соединения: 1 – ядро; 2 – зона термомеханического воздействия; 3 – зона термического воздействия

**Fig. 4.** The results of measuring microhardness in the welded joint area: 1 – core; 2 – thermomechanical impact zone; 3 – heat effected zone

**Таблица 2.** Коэффициенты диффузии элементов в алюминии при 500 °C, м<sup>2</sup>/с [Привод. по 16, с. 10]  
**Table 2.** Coefficients of diffusion of elements in aluminum at 500 °C, m<sup>2</sup>/s [Repr. from 16, p. 10]

Al	Mg	Cu	Fe	Si	Mn
$4,3 \times 10^{-14}$	$9,9 \times 10^{-14}$	$4,0 \times 10^{-14}$	$8,9 \times 10^{-16}$	$13 \times 10^{-13}$	$7,4 \times 10^{-18}$

было обнаружено, что микротвердость алюминиевого сплава зависит от частоты вращения пина и скорости его перемещения. Сравнивая полученные в нашей работе результаты с данными [3], можно говорить о различной скорости перемешивания материала в различных областях сварного соединения. Согласно литературным данным, фазовое старение в алюминиевых сплавах приводит как к упрочнению, так и к разупрочнению материала. Разупрочнение связано с коагуляцией частиц вторичных упрочняющих фаз [12]. Значительное снижение микротвердости в нижней части зоны термомеханического воздействия (область 8 на рис. 2) может быть связано именно с укрупнением выделившихся вторичных фаз, обогащенных медью и кремнием. При этом рост микротвердости в верхней части зоны термомеханического воздействия (область 9 на рис. 2) может быть связан с выделением мелких вторичных фаз. Данные предположения согласуются с результатами исследований химического состава твердого раствора в этих областях (рис. 3).

### ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

1. Обнаружено изменение содержания алюминия и перераспределение легирующих элементов (Si, Cu) в твердом растворе в различных областях зон сварного шва. По сравнению с исходным состоянием, содержание алюминия в зоне сварного соединения в твердом растворе выше. Обнаружено увеличение содержания меди в твердом растворе в ядре сварного соединения и в зоне термомеханического воздействия, по сравнению с исходным состоянием. При этом в центре ядра содержание меди падает, а содержание кремния растет, что, предположительно, связано с выделением при деформационном воздействии вторичных фаз типа  $Al_{12}(Fe, Mn)_3Si$  или  $AlCuFeMnSi$ , обогащенных медью и кремнием.

2. В зоне сварного соединения наблюдается значительное снижение микротвердости по сравнению с исходным состоянием, что может быть связано с коагуляцией частиц вторичных упрочняющих фаз, обогащенных медью и кремнием.

3. Внутри каждой зоны сварного шва наблюдается градиент химического состава твердого раствора, что также коррелирует с изменением микротвердости.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Thomas W.M., Nicholas E.D., Needham J.C., Murch M.G., Templesmith P., Smith C.J. Friction stir butt welding: patent USA № 5460317, 1995. 10 p.
- Дриц А.М., Овчинников В.В., Васильев П.А. Исследование структуры и механических свойств соединений сплавов системы Al–Cu–Mg, полученных сваркой трением с перемешиванием // Технология легких сплавов. 2019. № 4. С. 17–25. EDN: [NVFMZO](#).
- Radhika Ch., Shyam Kumar N. Process Parameters Optimization of Aa2024 Alloy Friction Stir Welding using Taguchi's Technique // International Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering. 2019. Vol. 8. № 11. P. 1940–1945. DOI: [10.35940/ijitee.K2138.0981119](#).
- Ridha M.H., Alkhazraji S.K., Abdull I.T. Investigation of Friction Stir Welding of AA2024-T4 Thin Sheets for Industrial Applications // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2020. Vol. 881. Article number 012074. DOI: [10.1088/1757-899X/881/1/012074](#).
- Luo Jian, Wang Jiafa, Lin Hongxin, Yuan Lei, Gao Jianjun, Geng Haibin. Study on the Relationship between Root Metal Flow Behavior and Root Flaw Formation of a 2024 Aluminum Alloy Joint in Friction Stir Welding by a Multiphysics Field Model // Metals. 2020. Vol. 10. № 7. Article number 913. DOI: [10.3390/met10070913](#).
- Kubit A., Kluz R., Ochaek K., Wydrzyński D., Trzepieciński T. Friction stir welding of 2024-T3 aluminium alloy sheet with sheet pre-heating // Materials and technology. 2018. Vol. 52. № 3. P. 283–288. DOI: [10.17222/mit.2017.084](#).
- Генри А., Логинова И.С., Кравченко К.В., Даубарайте Д.К., Рябов Д.К. Влияние иттрия на сопротивление образованию горячих трещин, микроструктуру и свойства сплава Д16 при лазерном плавлении // Технология легких сплавов. 2019. № 4. С. 26–34. EDN: [NZTBBX](#).
- Cavaliere P., Nobile R., Pannella F.W., Squillace A. Mechanical and microstructural behaviour of 2024–7075 aluminium alloy sheets joined by friction stir welding // International Journal of Machine Tools & Manufacture. 2006. Vol. 46. № 6. P. 588–594. DOI: [10.1016/J.IJMACTOOLS.2005.07.010](#).
- Cavaliere P., Cerri E., Squillace A. Mechanical response of 2024–7075 aluminium alloys joined by friction stir welding // Journal of Material Science. 2005. Vol. 40. P. 3669–3676. DOI: [10.1007/s10853-005-0474-5](#).
- Zadpoor A.A., Sinke J., Benedictus R., Pieters R. Mechanical properties and microstructure of friction stir welded tailor-made blanks // Materials Science and Engineering: A. 2008. Vol. 494. № 1–2. P. 281–290. DOI: [10.1016/j.msea.2008.04.042](#).
- Воробьев П.А., Сорокина С.А., Евстифеева В.В. Фазовый состав деформируемых алюминиевых сплавов Д16 с количественной оценкой пережога разных стадий развития // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. 2020. № 1. С. 68–78. DOI: [10.17073/0021-3438-2020-1-68-78](#).
- Krishnan K.N. On the formation of onion rings in friction stir welds // Materials Science and Engineering: A. 2002. Vol. 327. № 2. P. 246–251. DOI: [10.1016/S0921-5093\(01\)01474-5](#).
- Morozova I., Królicka A., Obrosova A., Yang Y., Doyunov N., Weiß S., Michailov V. Precipitation phenomena in impulse friction stir welded 2024 aluminium alloy // Materials Science and Engineering: A. 2022. Vol. 852. Article number 143617. DOI: [10.1016/j.msea.2022.143617](#).
- Zhang Fan, Levine L.E., Allen A.J., Campbell C.E., Creuziger A.A., Kazantseva N., Ilavsky J. In situ structural characterization of ageing kinetics in aluminum alloy 2024 across angstrom-to-micrometer length scales // Acta Materialia. 2016. Vol. 111. P. 385–398. DOI: [10.1016/j.actamat.2016.03.058](#).
- Mrówka-Nowotnik G., Sieniawski J. Analysis of intermetallic phases in 2024 aluminium alloy // Solid State Phenomena. 2013. Vol. 197. P. 238–243. DOI: [10.4028/www.scientific.net/SSP.197.238](#).
- Czerwinski F. Thermal Stability of Aluminum Alloys // Materials. 2020. Vol. 13. № 15. Article number 3441. DOI: [10.3390/ma13153441](#).



17. Tang W., Guo X., McClure J., Murr L., Nunes A.C. Heat input and temperature distribution in friction stir welding // *Journal of Materials Processing and Manufacturing Science*. 1998. Vol. 7. № 2. P. 163–172.
18. Chen C.M., Kovacevic R. Finite element modeling of friction stir welding-thermal and thermomechanical analysis // *International Journal of Machine Tools & Manufacture*. 2003. Vol. 43. № 13. P. 1319–1326. DOI: [10.1016/S0890-6955\(03\)00158-5](https://doi.org/10.1016/S0890-6955(03)00158-5).
19. Mishra R.S., Ma Z.Y. Friction stir welding and processing // *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2005. Vol. 50. № 1-2. P. 1–78. DOI: [10.1016/j.mser.2005.07.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2005.07.001).
20. Dawes C.J. An introduction to friction stir welding and its development // *Welding and Metal fabrication*. 1995. P. 14–16.
21. Dawes C.J., Thomas W.M. Friction stir joining of aluminium alloys // *TWI Bulletin*. 1995. Vol. 6. P. 124–127.
9. Cavaliere P., Cerri E., Squillace A. Mechanical response of 2024–7075 aluminium alloys joined by friction stir welding. *Journal of Material Science*, 2005, vol. 40, pp. 3669–3676. DOI: [10.1007/s10853-005-0474-5](https://doi.org/10.1007/s10853-005-0474-5).
10. Zadpoor A.A., Sinke J., Benedictus R., Pieters R. Mechanical properties and microstructure of friction stir welded tailor-made blanks. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, vol. 494, no. 1-2, pp. 281–290. DOI: [10.1016/j.msea.2008.04.042](https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.04.042).
11. Vorobev R.A., Sorokina S.A., Evstifeeva V.V. Phase composition of deformable D16 and B95 aluminium alloys with the quantitative assessment of overburning of different stages of development. *Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy / Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya metallurgiya*, 2020, no. 1, pp. 68–78. DOI: [10.17073/0021-3438-2020-1-68-78](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2020-1-68-78).
12. Krishnan K.N. On the formation of onion rings in friction stir welds. *Materials Science and Engineering: A*, 2002, vol. 327, no. 2, pp. 246–251. DOI: [10.1016/S0921-5093\(01\)01474-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01474-5).
13. Morozova I., Królicka A., Obrosov A., Yang Y., Doynov N., Weiß S., Michailov V. Precipitation phenomena in impulse friction stir welded 2024 aluminium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, vol. 852, article number 143617. DOI: [10.1016/j.msea.2022.143617](https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.143617).
14. Zhang Fan, Levine L.E., Allen A.J., Campbell C.E., Creuziger A.A., Kazantseva N., Ilavsky J. In situ structural characterization of ageing kinetics in aluminum alloy 2024 across angstrom-to-micrometer length scales. *Acta Materialia*, 2016, vol. 111, pp. 385–398. DOI: [10.1016/j.actamat.2016.03.058](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.03.058).
15. Mrówka-Nowotnik G., Sieniawski J. Analysis of intermetallic phases in 2024 aluminium alloy. *Solid State Phenomena*, 2013, vol. 197, pp. 238–243. DOI: [10.4028/www.scientific.net/SSP.197.238](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.197.238).
16. Czerwinski F. Thermal Stability of Aluminum Alloys. *Materials*, 2020, vol. 13, no. 15, article number 3441. DOI: [10.3390/ma13153441](https://doi.org/10.3390/ma13153441).
17. Tang W., Guo X., McClure J., Murr L., Nunes A.C. Heat input and temperature distribution in friction stir welding. *Journal of Materials Processing and Manufacturing Science*, 1998, vol. 7, no. 2, pp. 163–172.
18. Chen C.M., Kovacevic R. Finite element modeling of friction stir welding-thermal and thermomechanical analysis. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 2003, vol. 43, no. 13, pp. 1319–1326. DOI: [10.1016/S0890-6955\(03\)00158-5](https://doi.org/10.1016/S0890-6955(03)00158-5).
19. Mishra R.S., Ma Z.Y. Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 2005, vol. 50, no. 1-2, pp. 1–78. DOI: [10.1016/j.mser.2005.07.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2005.07.001).
20. Dawes C.J. An introduction to friction stir welding and its development. *Welding and Metal fabrication*, 1995, pp. 14–16.
21. Dawes C.J., Thomas W.M. Friction stir joining of aluminium alloys. *TWI Bulletin*, 1995, vol. 6, pp. 124–127.

## REFERENCES

1. Thomas W.M., Nicholas E.D., Needham J.C., Murch M.G., Templesmith P., Smith C.J. *Friction stir butt welding*: patent USA no. 5460317, 1995, 10 p.
2. Drits A.M., Ovchinnikov V.V., Vasilev P.A. Studies of structure and mechanical properties of Al–Cu–Mg alloy joints made by friction stir welding. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2019, no. 4, pp. 17–25. EDN: [NVFMZO](https://www.edn.ru/10.1016/j.tsl.2019.04.001).
3. Radhika Ch., Shyam Kumar N. Process Parameters Optimization of Aa2024 Alloy Friction Stir Welding using Taguchi's Technique. *International Journal of Innovative Technology and Exploring Engineering*, 2019, vol. 8, no. 11, pp. 1940–1945. DOI: [10.35940/ijitee.K2138.0981119](https://doi.org/10.35940/ijitee.K2138.0981119).
4. Ridha M.H., Alkhazraji S.K., Abdull I.T. Investigation of Friction Stir Welding of AA2024-T4 Thin Sheets for Industrial Applications. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2020, vol. 881, article number 012074. DOI: [10.1088/1757-899X/881/1/012074](https://doi.org/10.1088/1757-899X/881/1/012074).
5. Luo Jian, Wang Jiafa, Lin Hongxin, Yuan Lei, Gao Jianjun, Geng Haibin. Study on the Relationship between Root Metal Flow Behavior and Root Flaw Formation of a 2024 Aluminum Alloy Joint in Friction Stir Welding by a Multiphysics Field Model. *Metals*, 2020, vol. 10, no. 7, article number 913. DOI: [10.3390/met10070913](https://doi.org/10.3390/met10070913).
6. Kubit A., Kluz R., Ochaek K., Wydrzyński D., Trzpieciński T. Friction stir welding of 2024-T3 aluminium alloy sheet with sheet pre-heating. *Materials and technology*, 2018, vol. 52, no. 3, pp. 283–288. DOI: [10.17222/mit.2017.084](https://doi.org/10.17222/mit.2017.084).
7. Genri A., Loginova I.S., Kravchenko K.V., Daubarayte D.K., Ryabov D.K. An effect of yttrium on hot cracking resistance, microstructure and properties of D16 alloy produced by laser melting. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2019, no. 4, pp. 26–34. EDN: [NZTBX](https://www.edn.ru/10.1016/j.tsl.2019.04.001).
8. Cavaliere P., Nobile R., Pannella F.W., Squillace A. Mechanical and microstructural behaviour of 2024–7075 aluminium alloy sheets joined by friction stir welding. *International Journal of Machine Tools*

## Comparative analysis of the chemical composition and mechanical properties of duralumin welded joint produced by friction stir welding

© 2024

Gennady V. Shchapov<sup>1</sup>, postgraduate student, junior researcher

Nataliya V. Kazantseva<sup>\*2</sup>, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor, chief researcher  
M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS, Yekaterinburg (Russia)

\*E-mail: kazantseva@imp.uran.ru

<sup>1</sup>ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-2106-6381>

<sup>2</sup>ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4143-1064>

Received 27.06.2023

Accepted 21.11.2023

**Abstract:** Friction stir welding is an advanced method of joining various metals and alloys in the aircraft and mechanical engineering industries. This type of welding is used to join materials that are difficult to weld or not weldable by conventional methods. The high-strength D16 aluminum alloy is difficult to weld by fusion, which is associated with the formation of a dendritic structure in the fusion zone leading to a decrease in the mechanical strength of the joint. In the work, the microstructure and microhardness of a welded seam of the D16 aluminum alloy produced by friction stir welding was studied. Using scanning electron microscopy and optical metallography, the authors identified the presence of three zones: the weld core, the thermomechanical impact zone, and the heat affected zone. In the central part of the welded joint (in the core), a laminated onion ring structure was discovered. A change in the chemical composition of the aluminum solid solution was identified in different areas of the weld zones, as well as the presence of a concentration gradient within each zone. In the upper part of the welded seam, the solid solution is silicon-enriched and depleted in copper. Due to the solid solution depletion in alloying elements, the aluminum content in the solid solution in the zone of the welded joint is higher compared to the initial state. The microhardness values in different areas of the welded joint correlate with changes in the chemical composition. In the welded joint zone, a significant decrease in microhardness was found compared to the initial state, and a change in microhardness associated with the chemical composition gradient within each zone was also observed.

**Keywords:** friction stir welding; duralumin; aluminum; laminated structure; onion ring structure.

**Acknowledgments:** The work was carried out within the state assignment of the Ministry of Education and Science of the Russian Federation (topic "Additivity", No. 121102900049-1).

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:** Shchapov G.V., Kazantseva N.V. Comparative analysis of the chemical composition and mechanical properties of duralumin welded joint produced by friction stir welding. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 2, pp. 113–119. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-2-68-10.





---

## НАШИ АВТОРЫ

**Абдрахманова Эльмира Дамировна**, студент.  
Адрес: Уфимский университет науки и технологий,  
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.  
E-mail: elmira.abdr2019@mail.ru

**Белослудцев Константин Юрьевич**, магистрант.  
Адрес: Ижевский государственный технический университет  
имени М.Т. Калашникова,  
426069, Россия, г. Ижевск, ул. Студенческая, 7.  
E-mail: kostya.belka99@yandex.ru

**Бондарева Ольга Сергеевна**, кандидат технических наук,  
доцент кафедры технологии металлов и авиационного материаловедения.  
Адрес: Самарский национальный исследовательский университет  
имени академика С.П. Королева,  
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.  
E-mail: osbondareva@ssau.ru

**Бражников Иван Сергеевич**, инженер  
Центра коллективного пользования «Технологии и Материалы НИУ "БелГУ"».  
Адрес: Белгородский государственный национальный исследовательский университет,  
308015, Россия, г. Белгород, ул. Победы, 85.  
E-mail: 1216318@bsu.edu.ru

**Бузырева Дарья Алексеевна**, магистрант.  
Адрес: Калужский филиал  
Московского государственного технического университета  
имени Н.Э. Баумана,  
248000, Россия, г. Калуга, ул. Баженова, 2.  
E-mail: dasha.buzyreva@bk.ru

**Владыкин Алексей Леонидович**, аспирант.  
Адрес: Ижевский государственный технический университет  
имени М.Т. Калашникова,  
426069, Россия, г. Ижевск, ул. Студенческая, 7.  
E-mail: pmkk@istu.ru

**Волкова Людмила Владимировна**, кандидат технических наук, доцент,  
доцент кафедры «Приборы и методы измерений, контроля, диагностики».  
Адрес: Ижевский государственный технический университет  
имени М.Т. Калашникова,  
426069, Россия, г. Ижевск, ул. Студенческая, 7.  
E-mail: ludmila396@rambler.ru

**Грызунова Наталья Николаевна**, доктор физико-математических наук, доцент,  
профессор кафедры «Нанотехнологии, материаловедение и механика».  
Адрес: Тольяттинский государственный университет,  
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.  
E-mail: gryzunova@tltsu.ru

**Добычина Ольга Сергеевна**, аспирант  
кафедры технологии металлов и авиационного материаловедения.  
Адрес: Самарский национальный исследовательский университет  
имени академика С.П. Королева,  
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.  
E-mail: o.dobychina@zvp.m.ru

**Жукова Ольга Олеговна**, аспирант.  
Адрес: Уфимский университет науки и технологий,  
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.  
E-mail: olga.zhukova96@mail.ru

**Зыбин Игорь Николаевич**, кандидат технических наук, доцент,  
доцент кафедры «Технологии соединения и обработки материалов».  
Адрес: Калужский филиал  
Московского государственного технического университета  
имени Н.Э. Баумана,  
248000, Россия, г. Калуга, ул. Баженова, 2.  
E-mail: igor.zybin@bmstu.ru

**Казанцева Наталия Васильевна**, доктор физико-математических наук, доцент,  
главный научный сотрудник.  
Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН,  
620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.  
E-mail: kazantseva@imp.uran.ru

**Корзникова Елена Александровна**, доктор физико-математических наук, профессор,  
профессор кафедры материаловедения и физики металлов,  
заведующий научно-исследовательской лабораторией  
«Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях».  
Адрес: Уфимский университет науки и технологий,  
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.  
E-mail: elena.a.korznikova@gmail.com

**Короткова Юлия Николаевна**, студент.  
Адрес: Самарский национальный исследовательский университет  
имени академика С.П. Королева,  
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.  
E-mail: korotkova.y.n@gmail.com

**Куканков Леонид Сергеевич**, студент.  
Адрес: Самарский национальный исследовательский университет  
имени академика С.П. Королева,  
443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34.  
E-mail: kukankov02@gmail.com

**Куклина Александра Александровна**, кандидат технических наук,  
доцент кафедры «Физика»,  
заведующий научно-исследовательской и испытательной лабораторией  
геокриологии, физики грунтов и материалов,  
инженер лаборатории структурных методов анализа и свойств материалов и наноматериалов.  
Адрес 1: Уральский государственный горный университет,  
620144, Россия, г. Екатеринбург, ул. Куйбышева, 30.  
Адрес 2: Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,  
620002, Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19.  
E-mail: kuklina@m.ursmu.ru

**Майсурадзе Михаил Васильевич**, кандидат технических наук, доцент,  
доцент кафедры «Термообработка и физика металлов».  
Адрес: Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина,  
620002, Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19.  
E-mail: m.v.maisuradze@urfu.ru

**Матвеева Надежда Сергеевна**, аспирант.  
Адрес: Тольяттинский государственный университет,  
445020, Россия, г. Тольятти, ул. Белорусская, 14.  
E-mail: nad.matveeva96@mail.ru

**Медведев Андрей Евгеньевич**, кандидат физико-математических наук,  
младший научный сотрудник.  
Адрес: Уфимский университет науки и технологий,  
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.  
E-mail: medvedevae@uust.ru

**Муравьев Виталий Васильевич**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Приборы и методы измерений, контроля, диагностики». Адрес 1: Ижевский государственный технический университет имени М.Т. Калашникова, 426069, Россия, г. Ижевск, ул. Студенческая, 7. Адрес 2: Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН, 426067, Россия, г. Ижевск, ул. Татьяны Барамзиной, 34. E-mail: vmuraviev@mail.ru

**Муравьева Ольга Владимировна**, доктор технических наук, профессор, профессор кафедры «Приборы и методы измерений, контроля, диагностики». Адрес 1: Ижевский государственный технический университет имени М.Т. Калашникова, 426069, Россия, г. Ижевск, ул. Студенческая, 7. Адрес 2: Удмуртский федеральный исследовательский центр Уральского отделения РАН, 426067, Россия, г. Ижевск, ул. Татьяны Барамзиной, 34. E-mail: olgak166@mail.ru

**Мурашкин Максим Юрьевич**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник. Адрес: Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32. E-mail: maksim.murashkin.70@yandex.ru

**Назарова Вера Вячеславовна**, аспирант кафедры «Термообработка и физика металлов». Адрес: Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, 620002, Россия, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19. E-mail: kamicure@yandex.ru

**Нафиков Руслан Камирович**, младший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях». Адрес: Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32. E-mail: nafickov.ruslan2011@yandex.ru

**Поленок Милена Владиславовна**, студент. Адрес: Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32. E-mail: renaweiwei.179@mail.ru

**Третьяков Виталий Александрович**, студент. Адрес: Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, 443086, Россия, г. Самара, Московское шоссе, 34. E-mail: tretyakov.vitalick2015@yandex.ru

**Федосеева Александра Эдуардовна**, кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов. Адрес: Белгородский государственный национальный исследовательский университет, 308015, Россия, г. Белгород, ул. Победы, 85. E-mail: fedoseeva@bsu.edu.ru

**Хафизова Эльвира Динифовна**, кандидат технических наук, доцент кафедры материаловедения и физики металлов, старший научный сотрудник научно-исследовательской лаборатории «Металлы и сплавы при экстремальных воздействиях». Адрес: Уфимский университет науки и технологий, 450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32. E-mail: KhafizovaED@uust.ru

**Шайлеш Рао Агари**, кандидат наук, профессор, кафедра машиностроения.

Адрес: Политехнический институт Нитте Минакши,  
560064, Индия, г. Бангалор, п/я № 6429.  
E-mail: shailesh.rao@nmit.ac.in

**Шайхулова Айгуль Фазировна**, кандидат технических наук, доцент,  
старший научный сотрудник.

Адрес: Уфимский университет науки и технологий,  
450076, Россия, г. Уфа, ул. Заки Валиди, 32.  
E-mail: shaikhulova@inbox.ru

**Щапов Геннадий Валерьевич**, аспирант, младший научный сотрудник.

Адрес: Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН,  
620108, Россия, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18.  
E-mail: hg-1994@mail.ru



---

## OUR AUTHORS

**Abdrakhmanova Elmira Damirovna**, student.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: elmira.abdr2019@mail.ru

**Belosludtsev Konstantin Yurievich**, graduate student.  
Address: Kalashnikov Izhevsk State Technical University,  
426069, Russia, Izhevsk, Studencheskaya Street, 7.  
E-mail: kostya.belka99@yandex.ru

**Bondareva Olga Sergeevna**, PhD (Engineering),  
assistant professor of Chair of Metal Technology and Aviation Materials Science.  
Address: Academician S.P. Korolev Samara National Research University,  
443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse, 34.  
E-mail: osbondareva@ssau.ru

**Brazhnikov Ivan Sergeevich**, engineer of the Joint Research Center  
of Belgorod State National Research University “Technology and Materials”.  
Address: Belgorod State National Research University,  
308015, Russia, Belgorod, Pobedy Street, 85.  
E-mail: 1216318@bsu.edu.ru

**Buzyreva Darya Alekseevna**, graduate student.  
Address: Kaluga Branch of Bauman Moscow State Technical University,  
248000, Russia, Kaluga, Bazhenov Street, 2.  
E-mail: dasha.buzyreva@bk.ru

**Dobychina Olga Sergeevna**, postgraduate student  
of Chair of Metal Technology and Aviation Materials Science.  
Address: Academician S.P. Korolev Samara National Research University,  
443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse, 34.  
E-mail: o.dobychina@zvpm.ru

**Fedoseeva Alexandra Eduardovna**, PhD (Engineering),  
senior researcher of the Laboratory of Mechanical Properties  
of Nanostructured Materials and Superalloys.  
Address: Belgorod State National Research University,  
308015, Russia, Belgorod, Pobedy Street, 85.  
E-mail: fedoseeva@bsu.edu.ru

**Gryzunova Natalya Nikolaevna**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor,  
professor of Chair “Nanotechnology, Materials Science and Mechanics”.  
Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: gryzunova@tltsu.ru

**Kazantseva Nataliya Vasilievna**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Associate Professor,  
chief researcher.  
Address: M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS,  
620108, Russia, Yekaterinburg, Sofya Kovalevskaya Street, 18.  
E-mail: kazantseva@imp.uran.ru

**Khafizova Elvira Dinifovna**, PhD (Engineering),  
assistant professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals,  
senior researcher of Scientific Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Impacts”.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: KhafizovaED@uust.ru

**Korotkova Yuliya Nikolaevna**, student.

Address: Academician S.P. Korolev Samara National Research University,  
443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse, 34.  
E-mail: korotkova.y.n@gmail.com

**Korzniikova Elena Aleksandrovna**, Doctor of Sciences (Physics and Mathematics), Professor,  
professor of Chair of Materials Science and Physics of Metals,  
Head of Scientific Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Impacts”.

Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: elena.a.korzniikova@gmail.com

**Kukankov Leonid Sergeevich**, student.

Address: Academician S.P. Korolev Samara National Research University,  
443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse, 34.  
E-mail: kukankov02@gmail.com

**Kuklina Aleksandra Aleksandrovna**, PhD (Engineering),  
assistant professor of Chair “Physics”,

Head of Scientific-Research and Testing Laboratory of Geocryology, Soil Physics and Materials,  
engineer of Laboratory of Structural Methods of Analysis and Properties of Materials and Nanomaterials.

Address 1: Ural State Mining University,  
620144, Russia, Yekaterinburg, Kuibyshev Street, 30.  
Address 2: Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin,  
620002, Russia, Yekaterinburg, Mira Street, 19.  
E-mail: kuklina@m.ursmu.ru

**Maisuradze Mikhail Vasilyevich**, PhD (Engineering), Associate Professor,  
assistant professor of Chair “Heat Treatment and Physics of Metals”.

Address: Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin,  
620002, Russia, Yekaterinburg, Mira Street, 19.  
E-mail: m.v.maisuradze@urfu.ru

**Matveeva Nadezhda Sergeevna**, postgraduate student.

Address: Togliatti State University,  
445020, Russia, Togliatti, Belorusskaya Street, 14.  
E-mail: nad.matveeva96@mail.ru

**Medvedev Andrey Evgenyevich**, PhD (Physics and Mathematics), junior researcher.

Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: medvedevae@uust.ru

**Murashkin Maxim Yurievich**, PhD (Engineering), senior researcher.

Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.

**Muraviev Vitaly Vasilievich**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,  
professor of Chair “Instruments and Methods of Measurements, Testing, Diagnostics”.

Address 1: Kalashnikov Izhevsk State Technical University,  
426069, Russia, Izhevsk, Studencheskaya Street, 7.  
Address 2: Udmurt Federal Research Center of the Ural branch of the RAS,  
426067, Russia, Izhevsk, Tatiana Baramzina Street, 34.  
E-mail: vmuraviev@mail.ru

**Muravieva Olga Vladimirovna**, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,  
professor of Chair “Instruments and Methods of Measurements, Testing, Diagnostics”.

Address 1: Kalashnikov Izhevsk State Technical University,  
426069, Russia, Izhevsk, Studencheskaya Street, 7.  
Address 2: Udmurt Federal Research Center of the Ural branch of the RAS,  
426067, Russia, Izhevsk, Tatiana Baramzina Street, 34.  
E-mail: olgak166@mail.ru

**Nafikov Ruslan Kamilovich**, junior researcher  
of Scientific Research Laboratory “Metals and Alloys under Extreme Impacts”.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: nafickov.ruslan2011@yandex.ru

**Nazarova Vera Vyacheslavovna**, postgraduate student  
of Chair “Heat Treatment and Physics of Metals”.  
Address: Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin,  
620002, Russia, Yekaterinburg, Mira Street, 19.  
E-mail: kamicure@yandex.ru

**Polenok Milena Vladislavovna**, student.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: renaweiwei.179@mail.ru

**Shaikhulova Aigul Fazirovna**, PhD (Engineering), Associate Professor,  
senior researcher.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.

**Shailesh Rao Agari**, PhD, Professor,  
Department of Mechanical Engineering.  
Address: NITTE Meenkshi Institute of Technology,  
560064, India, Bangalore, P.B. No. 6429.  
E-mail: shailesh.rao@nmit.ac.in

**Shchapov Gennady Valerievich**, postgraduate student, 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: hg-1994@mail.ru

**Tretyakov Vitaly Aleksandrovich**, student.  
Address: Academician S.P. Korolev Samara National Research University,  
443086, Russia, Samara, Moskovskoye Shosse, 34.  
E-mail: tretyakov.vitalick2015@yandex.ru

**Vladykin Aleksey Leonidovich**, postgraduate student.  
Address: Kalashnikov Izhevsk State Technical University,  
426069, Russia, Izhevsk, Studencheskaya Street, 7.  
E-mail: pmkk@istu.ru

**Volkova Lyudmila Vladimirovna**, PhD (Engineering), Associate Professor,  
assistant professor of Chair “Instruments and Methods of Measurements, Testing, Diagnostics”.  
Address: Kalashnikov Izhevsk State Technical University,  
426069, Russia, Izhevsk, Studencheskaya Street, 7.  
E-mail: ludmila396@rambler.ru

**Zhukova Olga Olegovna**, postgraduate student.  
Address: Ufa University of Science and Technology,  
450076, Russia, Ufa, Zaki Validi Street, 32.  
E-mail: olga.zhukova96@mail.ru

**Zybin Igor Nikolaevich**, PhD (Engineering), Associate Professor,  
assistant professor of Chair “Technologies of Connection and Processing of Materials”.  
Address: Kaluga Branch of Bauman Moscow State Technical University,  
248000, Russia, Kaluga, Bazhenov Street, 2.  
E-mail: igor.zybin@bmstu.ru

**На обложке:** РЭМ-изображение поверхности исходного образца сплава Zn–1%Fe–5%Mg спустя 56 дней коррозионных испытаний (увеличение 500 крат). Автор фото: Э.Д. Абдрахманова, студент (Уфимский университет науки и технологий, Уфа, Россия).

**On the cover:** SEM image of the surface of the initial sample of the Zn–1%Fe–5%Mg alloy after 56 days of corrosion tests (500x magnification). Author of the photo: E.D. Abdrakhmanova, student (Ufa University of Science and Technology, Ufa, Russia).